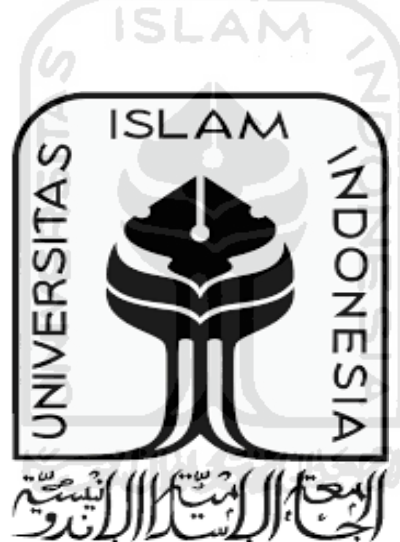


LAPORAN TUGAS AKHIR
VALIDASI PENENTUAN LOGAM TIMBAL DAN TEMBAGA
PADA LIMBAH PADAT *FLY ASH* SECARA
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM DI PUSAT
LABORATORIUM FORENSIK

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh
Derajat Ahli Madya Sains (A.Md.Si) di Program Studi D III

Analisis Kimia



Disusun oleh:

SITI FATONAH

NIM: 17231027

PROGRAM STUDI DIII ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2020

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI PENENTUAN LOGAM TIMBAL DAN TEMBAGA
PADA LIMBAH PADAT *FLY ASH* SECARA
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM DI PUSAT
LABORATORIUM FORENSIK
VALIDATION OF DETERMINATION LEAD AND COPPER
CONTENT IN FLY ASH SOLID WASTE USING ATOMIC
ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY AT FORENSIC
LABORATORY**



Disusun oleh:

SITI FATONAH

NIM: 17231027

**PROGRAM STUDI DIII ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2020**



Handwritten signature



Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir ini tidak terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya atau gelar lainnya di suatu Perguruan Tinggi dan sepengetahuan saya tidak terdapat bagian yang pernah ditulis dan diterbitkan orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta, 26 Juli 2020



Siti Fatonah

MOTTO

“Jadi jangan melemahkan dan jangan bersedih hati, dan kamu akan menjadi lebih unggul jika kamu adalah orang-orang yang benar.” (Ali-Imran:139)

“Dan dia ada bersamamu dimanapun kamu berada.” (Al-Hadid:4)

Sesungguhnya Allah berfirman: “Aku sesuai dengan prasangka hamba-Ku terhadap diri-Ku, dan Aku bersamanya apabila dia berdoa kepada-Ku.” (HR. Muslim)

“For achieved the good result, we need a lot effort” (Huang Renjun)



HALAMAN PERSEMBAHAN

Bismillahirrahmaanirrahiim

Alhamdulillahirabbil'aalamiin... Tak henti siti panjatkan puji syukur kepada Allah SWT, berkat rahmat serta hidayahnya sehingga siti dapat menyelesaikan karya dan langkah ini, Tugas Akhir, menuju sesuatu yang ingin dicapai siti dengan kemudahan dan kelancaran.

Terimakasih siti ucapkan untuk orang yang paling special yaitu kedua orang siti, ayah dan ibu yang telah *mensupport* siti serta mendoakan siti. Satu kata yang bisa siti sampaikan saat ini *I love you so much and big thx my father and my mother for everything*, tanpa kalian siti tidak bisa apa-apa. *My old sister, my young sister and my grandmother* terimakasih atas keceriaan kalian di masa sulit siti. Karya ini serta langkah ini siti persembahkan untuk kalian yang tercinta dan tersayang, terimakasih keluarga kecilku.

Terimakasih kepada dosen dan staff DIII Analisis Kimia yang telah membagikan ilmunya dan pengalaman berharga selama diperguruan tinggi. Tak lupa juga ucapan terimakasih kepada dosen pembimbing akademik sekaligus pembimbing praktek kerja lapangan (PKL) bu Yuli Rohyami, atas segala waktu, nasihat dan bimbingannya dalam menyelesaikan tugas akhir ini.

Sahabat tersayang Atul, Hilda, Vika, Khusnul, Fira, April yang tergabung didalam “Atul Sok Cantik”, terimakasih yang telah kebersamaan melawati suka duka di awal perkuliahan hingga akhir. Tak lupa untuk Tasya Berliani sahabat dari SMA dan Indah Permatasari sahabat dari SMP yang telah membantu, memberi semangat, memberikan masukan dan tempat berdiskusi serta bercerita. Terimakasih juga untuk sahabat satu ini, Fahima atas ilmu yang dibagikan serta arahannya, hal tersebut sangat membantu.

Thx NCT (all member), from u i learned about beyond the limit for reach a dream. Beyond of the language, culture and country. U have given up early ur childhood and ur youth, but that's cool!!! U have found ur dream and ur purpose!!!! It paid off. For my fav sub unit, my mood makers Nct Dream (all member), thx all the song and all happiness, always there when I was completing 'Tugas Akhir' soo... I feel in good mood. Especially, Mark and Renjun ma ultimate bias.

Sobat seperjuangan PKL-ku, April, Icus dan Dilla terimakasih untuk waktu dan kebersamaan saat suka maupun duka. Kahfi, Debo, Almira, Fakhri, Gita dan Jojo dari SMAKBO. Noval, Syifa dan Iqna teman-teman dari UB. Nadya, Devina dan Ega teman-teman dari Unseod serta Aulia dari UIN Jakarta dan teman bule-ku Fiqa dari I3L yang tergabung dalam “Labskuy”, terimakasih semua sudah menemani masa-masa PKL. Teman se-pembimbingan Frista, Ulul dan Nisa terimakasih juga. Tak lupa untuk Staff Puslabfor yang tidak bisa saya

sebutkan satu-satu atas keramahannya. Terutama untuk subbidang toksikologi tercinta, bu Eti, bu Nisa, pak Azhar, pak Helmy, pak Faizal selaku pembimbing instansi dan kasubbid tokling dan kak Mulla, terimakasih untuk *support*, keramahan, waktu serta pengalamannya.

Teman-teman seperjuangan, Angkatan'17 terimakasih atas dukungan untuk semua perjuangan kita bersama di penghujung masa kuliah D3 ini. Selamat berjuang semua! untuk masa depan yang cerah, mari sama-sama gapai mimpi dan sukses bersama!



KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum warahmatullahi wabarakatuh

Puji syukur kehadiran Allah SWT karena dengan rahmat dan karunia-Nya, shalawat serta salam selalu tercurahkan untuk Nabi Agung Muhammad SAW yang telah membawa dari yang gelap hingga terang menderang ini. Berkat pertolongan dan rahmat Allah SWT penyusun dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir yang berjudul Validasi Penentuan Kadar Logam Timbal dan Tembaga pada Limbah Padat *Fly Ash* secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) di Pusat Laboratorium Forensik.

Laporan ini berisi tentang pengujian logam berat timbal dan tembaga dalam sampel limbah padat B3 menggunakan parameter validasi metode. Diharapkan dapat bermanfaat untuk menambah wawasan serta pengetahuan tentang uji limbah padat B3 dan prosedur protokol validasi metode bagi pembaca.

Laporan ini disusun untuk melengkapi salah satu syarat untuk memperoleh derajat ahli Madya di Program Studi D III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia. Penyusunan Laporan ini tidak terlepas dari bimbingan, serta dukungan dari banyak pihak, maka dari itu saya mengucapkan banyak terimakasih kepada:

1. Bapak Kopol Faizal Rachmat, S.T. selaku Pembimbing Instansi dan Kepala Subbidang Toksikologi Lingkungan
2. Bapak Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia
3. Ibu Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si. selaku Ketua Program studi D III Analisis Kimia
4. Ibu Yuli Rohyami, S.Si., M.Sc. selaku Dosen Pembimbing Praktek Kerja Lapangan dan sekaligus selaku Dosen Pembimbing Akademik

Penulis menyadari bahwa laporan ini masih banyak kekurangan dan jauh dari kata sempurna. Oleh sebab itu penulis mengharapkan adanya masukan, arahan, kritik serta saran yang membangun terciptanya laporan yang lebih baik dan

bermanfaat untuk kedepannya. Semoga laporan ini dapat bermanfaat bagi penulis maupun semua pihak yang terkait.

Wassalamu'alaikum warahmatullahi wabarakatuh

Yogyakarta, 26 Juli 2020

Penyusun



DAFTAR ISI

LAPORAN TUGAS AKHIR.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
PERNYATAAN.....	iv
MOTTO	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
INTISARI.....	xv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan.....	3
1.4 Manfaat.....	3
BAB II DASAR TEORI	4
2.1 Profil Pusat Laboratorium Forensik	4
2.2 Abu Terbang (<i>Fly Ash</i>).....	6
2.3 Logam Berat Timbal dan Tembaga.....	9
2.4 Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).....	11
2.5 Metode Destruksi Basah.....	14
2.6 Validasi Metode	15
BAB III METODOLOGI.....	21
3.1 Alat Penelitian	21
3.2 Bahan Penelitian.....	21
3.3 Cara Kerja.....	21
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	24
4.1 Preparasi Sampel	24

4.2	Penetapan Konsentrasi Timbal dan Tembaga dalam Sampel Abu Terbang (<i>Fly ash</i>)	25
4.4	Penentuan <i>limit of detection</i> (LOD) dan <i>limit of quantitation</i> (LOQ) Timbal dan Tembaga.....	27
4.5	Penentuan Presisi Logam Timbal dan Tembaga	29
4.7	Estimasi ketidakpastian Logam Timbal dan Tembaga.....	32
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....		35
5.1	Kesimpulan.....	35
5.2	Saran	35
DAFTAR PUSTAKA		36
LAMPIRAN-LAMPIRAN.....		39



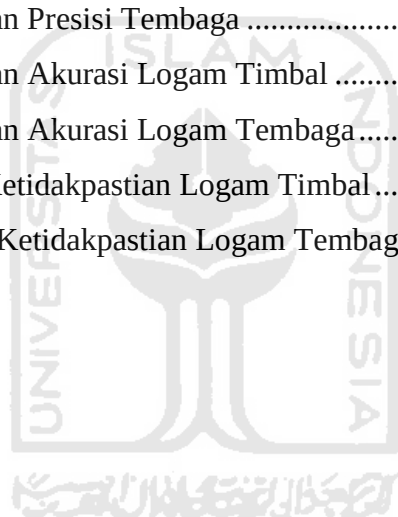
DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Tampak Bentuk Limbah Padat <i>Fly Ash</i> Menggunakan Mikroskop	6
Gambar 2.2 Skema Instrumen Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)	13
Gambar 2.3 Perbandingan Linearitas Tiap Nilai Koefisien Determinasi (R^2)....	8
Gambar 4.1 Grafik Kurva Kalibrasi Deret Standar Timbal	26
Gambar 4.2 Grafik Kurva Kalibrasi Deret Standar Tembaga.....	27
Gambar 4.3 Grafik Hasil Penentuan Akurasi Logam Timbal.....	31
Gambar 4.4 Grafik Hasil Penentuan Akurasi Logam Tembaga	32
Gambar 4.4 Grafik Hasil Penentuan Akurasi Logam Tembaga	35
Gambar 4.4 Diagram Tulang Ikan Penentuan Konsentrasi Timbal	32
Gambar 4.5 Diagram Tulang Ikan Penentuan Konsentrasi Tembaga.....	33



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Unsur Penyusun Utama <i>Fly Ash</i>	7
Tabel 2.2 Komposisi dan Klasifikasi <i>Fly Ash</i> (% b/b).....	8
Tabel 2.3 Baku Mutu Logam Berat dalam Abu Terbang (<i>Fly Ash</i>)	16
Tabel 4.1 Penentuan Konsentrasi Logam Timbal (mg/kg)	25
Tabel 4.2 Penentuan Konsentrasi Logam Tembaga (mg/kg).....	25
Tabel 4.3 Hasil Perhitungan LOD dan LOQ Logam Timbal (mg/L)	28
Tabel 4.4 Hasil Perhitungan LOD dan LOQ Logam Tembaga (mg/L)	28
Tabel 4.5 Hasil Perhitungan Presisi Timbal.....	29
Tabel 4.6 Hasil Perhitungan Presisi Tembaga	30
Tabel 4.7 Hasil Perhitungan Akurasi Logam Timbal	31
Tabel 4.8 Hasil Perhitungan Akurasi Logam Tembaga.....	31
Tabel 4.9 Nilai Estimasi Ketidakpastian Logam Timbal	35
Tabel 4.10 Nilai Estimasi Ketidakpastian Logam Tembaga.....	35



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Perhitungan Preparasi Sampel	40
Lampiran 2 Pembuatan Kurva Kalibrasi.....	42
Lampiran 3 Perhitungan Contoh Uji.....	44
Lampiran 4 Perhitungan LOD dan LOQ.....	46
Lampiran 5 Perhitungan Presisi dan Akurasi.....	48
Lampiran 6 Perhitungan Estimasi Ketidakpastian Pengukuran	50



**VALIDASI PENENTUAN LOGAM TIMBAL DAN TEMBAGA
PADA LIMBAH PADAT *FLY ASH* SECARA
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM DI PUSAT
LABORATORIUM FORENSIK**

Siti Fatonah

17231027

Program Studi D III Analisis Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia

Jl. Kaliurang KM 14,5 Yogyakarta 55584

Email: sitiftn00@gmail.com

INTISARI

Telah dilakukan validasi metode penentuan logam timbal dan tembaga yang terdapat pada limbah padat *fly ash* (abu terbang) berasal dari pembakaran batubara. Metode analisis yang digunakan adalah spektrofotometri serapan atom (SSA). Sampel di destruksi dengan teknik destruksi basah kemudian dianalisis dengan spektrofotometri serapan atom menggunakan metode kurva kalibrasi. Berdasarkan hasil pengujian yang telah dilakukan, parameter validasi metode yang digunakan meliputi, linearitas, LOD dan LOQ, presisi, akurasi serta ketidakpastian pengukuran. Sampel tidak mendeteksi adanya kandungan logam timbal, tetapi mendeteksi adanya kandungan logam tembaga sebesar $7,12 \pm 0,13$ mg/kg. Koefisien determinasi masing-masing logam timbal dan tembaga yang diperoleh sebesar $R^2 = 0,9997$ dan $R^2 = 0,9993$. Nilai *limit of detection* (LOD) timbal dan tembaga sebesar 0,2010 mg/L; 0,1269 mg/L dan *limit of quantitation* (LOQ) logam timbal dan tembaga 0,6699 mg/L; 0,4231 mg/L. Perolehan presisi %RSD logam timbal sebesar 0,07% dan tembaga sebesar 2,58%. Akurasi logam pada pengujian baik dengan perolehan rentang logam timbal sebesar (95,26%-101,66%) dan tembaga sebesar (94,67%-103,13%). Berdasarkan hasil yang diperoleh dapat dinyatakan bahwa validasi metode logam tembaga layak digunakan dibandingkan logam timbal untuk analisis di Pusat Laboratorium Forensik karena memiliki linearitas, batas deteksi dan batas kuantitas, akurasi, presisi serta ketidakpastian yang baik.

KATA KUNCI: *fly ash*, timbal dan tembaga, spektrofotometri serapan atom (SSA), validasi metode

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Batubara merupakan salah satu sumber energi dunia dan termasuk sumber energi primer di Indonesia selain minyak bumi. Batubara umumnya digunakan sebagai bahan pembakar untuk membangkitkan uap, pengkarbonisasi untuk pembuatan bahan bakar cair atau di hidrogenasi untuk pembuatan gas metana (Arif, 2014). Penggunaan batubara yang dilakukan terus-menerus, menimbulkan adanya dampak pencemaran terhadap lingkungan berupa limbah. Limbah tersebut nantinya akan berdampak pada lingkungan maupun kesehatan. Jenis limbah yang dihasilkan berupa limbah padat, yang dikelompokkan menjadi dua yaitu *fly ash* (abu terbang) dan *bottom ash* (abu berat).

Menurut Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 85 Tahun 1999 tentang Pengelolaan Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun, *fly ash* (abu terbang) dikategorikan sebagai limbah B3. Total limbah *fly ash* yang dihasilkan dari sisa pembakaran batubara pada tahun 2005, salah satunya industri PLTU di seluruh dunia yaitu sebesar 150 juta ton tiap tahunnya. Setengah dari total tersebut, belum dimanfaatkan dan menimbulkan pencemaran terhadap lingkungan. *Fly ash* umumnya hanya dimanfaatkan sebagai tanah penimbun. Akibatnya menimbulkan masalah lingkungan berupa pelepasan unsur-unsur beracun ke dalam air, udara, penurunan aktivitas mikroba serta peningkatan pH tanah.

Kandungan oksida dan logam berat yang terdapat pada *fly ash* seperti silika dioksida, aluminium oksida, titanium dioksida dan sebagainya, serta beberapa logam berat diantaranya timbal (Pb) dan tembaga (Cu) yang bersifat toksik secara alami akan mencemari lingkungan serta berdampak pada kesehatan. Dampak kesehatan seperti kerusakan liver dan ginjal serta kerusakan pada jaringan saraf (Wardhani dkk, 2012). Selain itu bagi lingkungan dapat menyebabkan toksifikasi tumbuhan (Wardhani dkk, 2012), bioakumulasi, biokonsentrasi serta biomagnifikasi dalam vegetasi, hewan, ikan bahkan pada rantai makanan (Zakaria dkk, 2019). Kandungan yang terdapat pada abu terbang dihasilkan dari proses

pembakaran, karena abu terbang merupakan bahan anorganik yang terbentuk dari perubahan bahan mineral (Marpaung, 2019).

Penentuan kandungan logam berat dalam sampel abu terbang selama ini telah banyak ditentukan melalui proses destruksi asam ataupun *toxicity characteristics leaching procedure* (TCLP) dengan metode analisis spektrofotometri serapan atom (SSA) seperti pada penelitian Mester, dkk (1999), Ackay (2005) dan Ratnawati, dkk (2019). Beberapa penelitian telah melakukan pengembangan metode analisis kandungan logam berat dalam sampel abu terbang antara lain, metode *laser-induced breakdown spectroscopy* (LIBS) sensor (Yao, 2020) memiliki kelebihan dalam tes *rapid online* logam berat dalam sampel *fly ash* pembakaran sampah kota (MSWI), tetapi hasil pengujian kurang baik dan sensitif untuk validasi. Metode *inductively coupled plasma-mass spectrometry* (ICP-MS) oleh Marpaung, (2019) dan Hua-in, dkk (2007) memiliki kelebihan dapat menganalisis beberapa kandungan ion logam abu terbang sekaligus dalam satu kali penentuan dengan sensitivitas yang tinggi, tetapi sampel harus bebas dari interferensi.

Oleh karena itu, validasi dilakukan untuk menentukan logam timbal dan tembaga dalam sampel *fly ash* dengan 2 teknik preparasi sampel sekaligus, yaitu TCLP dan destruksi basah. Parameter validasi metode yang digunakan meliputi linearitas, limit deteksi, limit kuantifikasi, presisi, akurasi serta ketidakpastian pengukuran. Perlunya dilakukan validasi metode bertujuan untuk membuktikan metode yang dikembangkan valid atau baik untuk diterapkan pada pengujian. Validasi sangat penting dilakukan untuk mengetahui tingkat kepercayaan yang dihasilkan dari suatu metode pengujian. Metode analisis menggunakan spektrofotometri serapan atom (SSA), karena spektrofotometri serapan atom memiliki sensitivitas yang tinggi, mudah, murah dan merupakan metode standar untuk analisis logam berat.

1.2 Rumusan Masalah

1. Berapakah kandungan logam timbal dan tembaga pada sampel *fly ash* disertai nilai ketidakpastian pengukurannya?

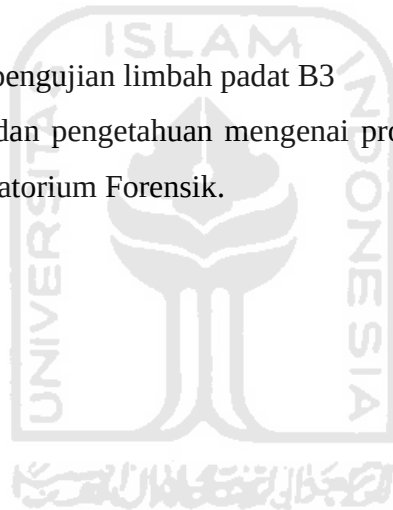
2. Bagaimanakah hasil validasi metode yang meliputi linearitas, *limit of detection* (LOD) dan *limit of qualification* (LOQ), presisi dan akurasi?

1.3 Tujuan

1. Menentukan kandungan logam timbal dan tembaga pada sampel *fly ash* beserta nilai ketidakpastian pengukuran menggunakan spektrofotometri serapan atom (SSA)
2. Mengetahui hasil validasi metode yang meliputi linearitas, LOD dan LOQ, presisi dan akurasi

1.4 Manfaat

1. Mengetahui prosedur pengujian limbah padat B3
2. Menambah wawasan dan pengetahuan mengenai protokol pengujian validasi metode di Pusat Laboratorium Forensik.



BAB II

DASAR TEORI

2.1 Profil Pusat Laboratorium Forensik

Pusat Laboratorium Forensik berdiri pada tanggal 15 Januari 1954 dengan Surat Keputusan Kepala Kepolisian Negara Republik Indonesia Nomor 1 Tahun 1954, kemudian dibentuklah Seksi Interpol dan Seksi Laboratorium, di bawah Dinas Reserse Kriminal (LabKrim). Berdirinya Puslabfor tidak terlepas dari sejarah berdirinya *national central bureau* (NCB) atau interpol. Dua utusan dari Kejaksaan Agung dan Djawatan Kepolisian Negara menghadiri sidang ke-21 Majelis Umum ICPO atau Interpol sebagai peninjau dan pada tahun yang sama Indonesia memutuskan masuk menjadi anggota *international criminal police organization* (ICPO) atau interpol pada bulan Mei 1952. Perubahan nama Laboratorium Kriminal menjadi Laboratorium Forensik melalui keputusan SK Kepala POLRI tahun 2002.

Pusat Laboratorium Forensik merupakan bagian dari struktur organisasi Polri yang mempunyai tugas sebagai Pembina serta pelaksana kriminal. Pusat Laboratorium Forensik disingkat Puslabfor, adalah unsur pelaksana teknis bidang Laboratorium Forensik yang berkedudukan di bawah Bareskrim Polri. Puslabfor bertugas menerapkan ilmu forensik untuk mendukung tugas Reserse Kriminal Polri dalam mengungkap tindak pidana kejahatan dengan melaksanakan Pemeriksaan Teknis Kriminalistik TKP dan atau Pemeriksaan Laboratoris Kriminalistik secara ilmiah dan komprehensif. Tugas Pusat Laboratorium Forensik dalam membantu penegakan hukum adalah dengan melakukan pemeriksaan kriminalistik menggunakan metode ilmiah terhadap suatu peristiwa yang diduga sebagai tindak pidana yang diatur dalam hukum acara pidana dan peraturan perundang-undangan lainnya dalam pasal 14 Undang-Undang Nomor 02 Tahun 2002 tentang Kepolisian Negara Republik Indonesia Kedudukan Pusat Laboratorium Forensik langsung di bawah Kapolri.

Unsur pelaksanaan Bareskrim Polri dipimpin oleh Ketua Pusat Laboratorium Forensik (KaPusLabfor). Setiap Subbidang dikepalai oleh Kepala Subbidang

(Kasubbid) yang dibantu oleh pembina dan pemeriksa dengan jenjang pendidikan sarjana serta magister. Jumlah anggota tiap subbidang memiliki 5-7 orang. Terdapat lima (5) bidang di dalam Pusat Laboratorium Forensik yang masing-masing memiliki subbidang yaitu,

1. Bidang Dokumen Palsu Forensik (DokuPalFor), memiliki 3 subbidang, yaitu Subbidang Dokumen Palsu (Dokpal), Subbidang Produk Cetak (Prodcet) dan Subbidang Uang Palsu (Upal).
2. Bidang Balistik dan Metalurgi Forensik (BalMetFor), memiliki 3 subbidang, yaitu Subbidang senjata api (Senpi), Subbidang Bahan Peledak (Handak) dan Subbidang Metalurgi (Metal).
3. Bidang Fisika Komputer Forensik (FisKomFor), memiliki 3 subbidang, yaitu Subbidang Deteksi Khusus (Detsus), Subbidang Komputer Forensik (Komfor), dan Subbidang Lakabakar.
4. Bidang Kimia Biologi dan Toksikologi Lingkungan Forensik (KimBioFor), memiliki 3 subbidang, yaitu Subbidang Kimia, Subbidang Biologi dan Subbidang Toksikologi - Lingkungan.
5. Bidang Narkoba Forensik (NarkobaFor), memiliki 3 subbidang, yaitu Subbidang Narkotika, Subbidang Psikotropika dan Subbidang Obat Berbahaya

Instrumen dan alat yang digunakan di Laboratorium Forensik tergantung pada tiap unit kerja subbidang yang dibutuhkan. Subbidang Kimia Biologi dan Toksikologi Lingkungan Forensik (KimBioFor) difasilitasi dengan instrumen *gas chromatography-mass spectroscopy* (GC-MS), *gas chromatography-flame ionization detector* (GC-FID), *inductively coupled plasma-mass spectrometry* (ICP-MS), *liquid chromatography-mass spectrometry* (LC-MS), *atomic absorption spectrometry* (AAS), *x-ray floresence spektrofotometry* (XRF) dan instrumen lainnya. Sedangkan, alat meliputi destilasi, *centrifugase*, *water filter*, lemari asam, *rotary agilator*, *microwave digeston*, *polymerase chain reaction* (PCR), *polygraph laveyye* dan lain sebagainya.

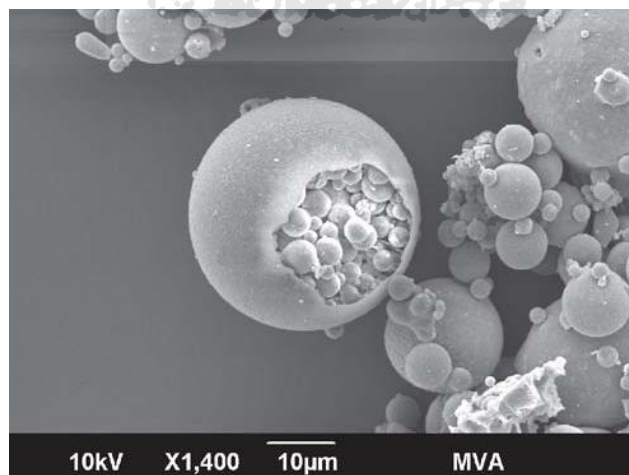
Puslabfor Bareskrim Polri saat ini telah mempunyai 6 cabang Laboratorium Forensik yang tersebar di berbagai daerah, area pelayanan Laboratorium Forensik

yang tersebar antara lain, Medan, Palembang, Semarang, Surabaya, Makassar, Denpasar, Pekanbaru dan Jayapura.

2.2 Abu Terbang (*Fly Ash*)

Batubara merupakan sumber energi dunia dan termasuk energi primer di Indonesia. Batubara umumnya digunakan sebagai sumber pembangkit listrik (PLTU). Penggunaan batubara dengan cara dibakar menimbulkan pencemaran berupa limbah padat. Limbah padat tersebut dibagi menjadi 2 jenis, limbah padat abu terbang (*fly ash*) dan abu berat (*bottom ash*).

Menurut SNI 03-6414-2002, abu terbang (*fly ash*) merupakan limbah hasil pembakaran batubara atau tungku pembangkit listrik tenaga uap yang berbentuk halus, bundar dan bersifat pozolonik. Abu terbang (*fly ash*) berasal dari pembakaran melalui corong gas kemudian menyebar ke atmosfer. Abu terbang (*fly ash*) umumnya terdiri dari partikel solid yang berbentuk bulat. Sebagian berbentuk bulat berongga serta didalam partikel yang berbentuk bulat masih ada partikel bulat kecil lainnya. Ukuran yang dimiliki berkisar 0,01- 100 μm dengan berat jenis 2,1-2,6 g/m^3 dan luas permukaan 0,17-1,00 kg/m^3 . Identifikasi warna abu terbang (*fly ash*) dibedakan dari jumlah karbon yang tidak terbakar dalam abunya dari abu-abu hingga hitam. Kandungan karbon yang rendah cenderung memiliki warna yang cerah.



Gambar 2.1 Tampak Bentuk Limbah Padat *Fly Ash* Menggunakan Mikroskop (Millette dkk, 2012)

Komposisi abu batubara hasil pembakaran terdiri dari 5%-15% abu dasar (*bottom ash*) dan 85%-95% abu terbang (*fly ash*) (Muhardi, 2016). Komposisi utama *fly ash* secara umum terdiri atas, 1) oksida logam seperti, silikon dioksida (SiO_2), alumunium oksida (Al_2O_3) dan titanium dioksida (TiO_2). 2) Oksida logam basa seperti, besi (III) oksida (Fe_2O_3), kalsium oksida (CaO), magnesium oksida (MgO), kalium oksida (K_2O) dan natrium oksida (Na_2O). 3) Oksida unsur lainnya seperti, difosforus pentaoksida (P_2O_5), sulfur trioksida (SO_3), sisa karbon dan lain-lain. Unsur penyusun utama abu terbang terdiri dari silika (Si), alumunium (Al), besi (Fe) serta kalium (K), kalsium (Ca), natrium (Na) dan titanium (Ti). Komponen selain unsur utama antara lain arsen (As), berelium (Be), selenium (Se) (Sukandarrumidi, 2018). Komponen tersebut diuraikan dalam Tabel 2.1

Tabel 2.1 Unsur Penyusun Utama *Fly Ash*

Komponen	Senyawa
Oksida logam	SiO_2 , Al_2O_3 dan TiO_2
Oksida logam basa	Fe_2O_3 , CaO , MgO , K_2O dan Na_2O
Oksida unsur lainnya	P_2O_5 , SO_3 , sisa karbon dan lain-lain
Unsur logam penyusun utama	Si, Al, Fe, K, Ca, Na dan Ti
Unsur logam lainnya	As, Be, Se

Menurut Mathinus dkk, (2015) berdasarkan perbedaan komponen yang terdapat pada *fly ash*, jenis-jenis *fly ash* dibedakan menjadi 3 kelas yaitu:

1. Kelas C

Mengandung lebih dari 10% CaO dari hasil pembakaran *lignite* atau subbitumen batubara muda). Senyawa lain yang terdapat didalamnya, silikon dioksida (SiO_2) (30-50%), alumunium oksida (Al_2O_3) (17-20%), besi (III) oksida (Fe_2O_3), magnesium oksida (MgO), natrium oksida (Na_2O) dan sedikit kalium oksida (K_2O). Memiliki sifat *pozzolan* dan juga mempunyai sifat *self-cementing* (dapat mengeras bila ditambah air), sifat ini timbul tanpa penambahan kapur serta dapat bereaksi langsung dengan air membentuk kalsium silikat hidrat (CSH ($\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)).

2. Kelas F

Mengandung kurang dari 10% CaO dari hasil pembakaran *anthracite* atau bitumen batubara. Senyawa lain yang terdapat didalamnya, silikon dioksida (SiO_2) (30-50%), alumunium oksida (Al_2O_3) (45-60%), besi (III) oksida (Fe_2O_3), magnesium oksida (MgO), natrium oksida (Na_2O) dan sedikit kalium oksida (K_2O). Memiliki sifat *pozzolan*, tidak dapat mengendap karena kandungan kalsium oksida (CaO) yang lebih kecil.

3. Kelas N

Digolongkan sebagai *pozzolan* alam atau hasil pembakaran. Jenis penggolongannya antara lain tanah diatomik, *opaline chert* dan *shales*, abu vulkanik dan *tuff*. Jenis ini dapat diproses melalui hasil pembakaran maupun tidak melalui proses pembakaran dengan sifat *pozzolan* yang baik.

Tabel 2.2 Komposisi dan Klasifikasi Fly Ash (Sukandarrumidi, 2018)

Komponen	Bituminus (%)	Subbituminus (%)	Lignit (%)
SiO_2	20-60	40-60	15-45
Al_2O_3	5-35	20-30	10-25
Fe_2O_3	10-40	4-10	4-15
CaO	1-12	5-30	15-40
MgO	0-5	1-6	3-10
SO_2	0-4	0-2	0-10
Na_2O	0-4	0-2	0-10
K_2O	0-3	0-4	0-4
LOI	0-15	0-3	0-5

Pengklasifikasian *fly ash* sebagai limbah B3 salah satunya adanya kandungan unsur logam berat yang bersifat toksik. Hal tersebut menimbulkan masalah lingkungan dan kesehatan seperti pencemaran udara, air serta penurunan kualitas ekosistem, sehingga kadar yang ada harus sesuai dengan ketentuan. Beberapa logam yang teridentifikasi terdapat limbah padat *fly ash*, yaitu timbal (Pb), krom (Cr), tembaga (Cu), nikel (Ni), kadmium (Cd). Unsur yang dominan dalam abu terbang antara lain alumunium (Al), kalsium (Ca), besi (Fe), magnesium (Mg), kalium (K), silika (Si), natrium (Na), belerang (S) dan titanium (Ti) serta adanya

unsur tertelusur seperti arsen (As), barium (Ba), kadmium (Cd), krom (Cr), tembaga (Cu), timbal (Pb), mangan (Mn), raksa (Hg), nikel (Ni), selenium (Se), strontium (Sr), torium (Th), vanadium (V) dan lain-lain (Wiyono dan Wahyudi, 2018).

Bahaya komponen yang terkandung dalam *fly ash*, memicu dampak pada kesehatan. Penyebaran abu melalui udara menimbulkan paparan pada saluran pernapasan, kulit serta organ lainnya. Wardani, (2008) memaparkan, *fly ash* yang masuk melalui saluran udara besar ke paru-paru (bronkus) akan mengalami penyempitan, terjadinya pembentukan jaringan parut, pembengkakan lapisan serta penyumbatan parsial lendir, (Apriyanti, 2015) saluran pernapasan kronik dan nonspesifik serta pneumokonis.

Karantonis (2011) menyatakan dalam penelitiannya, unsur arsen, timbal, kadmium, merkuri, krom, selenium dan tembaga yang ada pada *fly ash* setelah masuk dan dicerna oleh tubuh, unsur tersebut akan menumpuk kemudian menimbulkan efek kesehatan mulai dari iritasi ringan hingga kegagalan organ. Menghirup zat kristal silika pada abu terbang dapat menyebabkan silikosis, TBC paru-paru yang dikenal karsinogen pada manusia. Selain itu, kontak kulit dan kontak mata yang berkepanjangan dapat menyebabkan iritasi kulit, kulit terbakar serta kebutaan. Diperkirakan 40% penyakit akibat kerja iritasi kulit berupa dermatitis (Apriyanti, 2015).

2.3 Logam Berat Timbal dan Tembaga

Menurut Adhani dan Husaini (2017) dalam bukunya, logam digolongkan menjadi dua kategori, yaitu logam berat dan logam ringan. Logam berat ialah logam yang memiliki kepadatan spesifik 5 g atau lebih untuk tiap cm^3 (Adhani dan Husaini, 2017). Logam berat merupakan zat berbahaya yang dapat menyebabkan bioakumulasi karena tidak dapat didegradasi ataupun dihancurkan. Tergolong ke dalam kriteria yang sama dengan logam lainnya, yang membedakan adalah pengaruh yang dihasilkan logam berat ketika berikatan dan masuk ke dalam organisme hidup dan terakumulasi di alam (Adhani dan Husaini, 2017).

Sebab hal tersebut, logam berat yang terkandung dalam *fly ash* tergolong limbah B3

Sifat toksisitas suatu logam berat dipengaruhi oleh bentuk senyawa, daya kelarutan didalam perairan, ukuran partikel dan beberapa sifat kimia dan fisika lainnya (Adhani dan Husaini, 2017). Menurut Chrislundi (2015), logam berat dibagi menjadi 2 jenis berdasarkan toksikologinya, antara lain logam berat esensial dan logam berat non-esensial. Logam berat esensial merupakan logam yang masih dibutuhkan organisme dalam jumlah tertentu, contohnya zink (Zn), tembaga (Cu), besi (Fe), kobalt (Co), mangan (Mn) dan lain sebagainya. Logam non-esensial merupakan logam yang keberadaannya dalam tubuh manusia masih belum diketahui manfaatnya, seperti krom (Cr), raksa (Hg), kadmium (Cd), timbal (Pb) dan lain sebagainya. Toksisitas logam berat tersebut dapat berdampak pada biokonsentrasi, bioakumulasi serta biomagnifikasi dalam vegetasi, hewan bahkan manusia sebagai rantai makanan tertinggi.

Unsur timbal (Pb) dapat ditemukan secara alamiah maupun non-alamiah (aktivitas manusia) di badan perairan. Secara alamiah, keberadaan timbal dalam batubara sangat sedikit. Terjadinya penambangan dan pemakaian batubara secara kontinu, menyebabkan unsur timbal yang terbuang ke udara semakin besar. Senyawa timbal yang masuk dalam tubuh dapat merusak jaringan saraf, fungsi ginjal, sistem reproduksi dan lain sebagainya (Chrislundi, 2015). Timbal dengan cepat masuk ke dalam tubuh melalui jalur pernapasan atau melalui penyerapan kulit. Penyerapan senyawa timbal ke dalam kulit dapat terjadi karena senyawa tersebut dapat larut dalam minyak ataupun lemak (Marpaung, 2019). Gejala yang ditimbulkan antara lain, gejala keracunan kronis ringan berupa insomnia dan beberapa gangguan tidur lainnya, gejala keracunan akut ringan berupa menurunnya tekanan darah dan berat badan serta gejala keracunan akut dapat mengakibatkan koma hingga kematian (Marpaung, 2019).

Logam tembaga (Cu) digolongkan sebagai logam berat esensial dan beracun. Unsur tembaga tetap dibutuhkan tubuh dalam jumlah yang sedikit. Toksisitas tembaga bekerja ketika masuk dalam tubuh organisme dalam jumlah yang besar. Keberadaan senyawa tembaga di lingkungan terjadi secara alamiah maupun dari

aktivitas manusia. Secara alamiah, dapat melalui pengikisan batuan, erosi maupun dari atmosfer yang terbawa oleh air hujan. Selain itu, efek dari aktivitas manusia berasal dari kegiatan industri seperti pertambangan maupun galangan kapal (Chrislundi, 2015). Senyawa tembaga cepat masuk dalam tubuh melalui peredaran darah kemudian didistribusikan ke seluruh tubuh. Paparan senyawa tembaga dalam kadar terendah (1 mg/hari) baik untuk diet. Sebaliknya, paparan tembaga dengan kadar yang tinggi dapat menyebabkan efek seperti muntah, diare, kram perut dan mual. Sedangkan untuk kadar yang sangat tinggi menyebabkan kerusakan liver dan ginjal serta kematian (Wardhani dkk, 2012). Unsur tembaga merupakan sumber polutan anorganik yang berpotensi juga merusak lingkungan (Zakaria dkk, 2012)

Menurut Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 85 Tahun 1999 tentang Pengelolaan Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun, baku mutu logam berat yang diperbolehkan dalam abu terbang (*fly ash*) dapat dilihat pada Tabel 2.2:

Tabel 2.3 Baku Mutu Logam Berat dalam Abu Terbang (*Fly Ash*) (Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 85 Tahun 1999)

Unsur	Konsentrasi (mg/L)
Krom	5,0
Tembaga	10,0
Sianida	20,0
Timbal	5,0
Mekuri	0,2

2.4 Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Spektrofotometri serapan atom (SSA) merupakan suatu metode analisis berdasarkan proses penyerapan energi radiasi oleh atom-atom yang berada di energi tingkat dasar (Natsir, 2019). Penyerapan atom tersebut menyebabkan tereksitasinya elektron dalam kulit atom ke tingkat energi yang lebih tinggi. Prinsipnya berdasarkan penyerapan cahaya oleh atom. Atom akan menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya. Atom bebas berinteraksi dalam berbagai bentuk energi seperti energi panas, energi

elektromagnetik, energi kimia dan energi listrik sehingga menghasilkan absorpsi, emisi (pancaran), radiasi dan panas. Adsorpsi emisi menyebabkan adanya transisi elektronik yaitu perpindahan elektron dalam atom dari elektron tingkat satu ke tingkat lainnya (Natsir, 2019).

Prinsip kerja spektrofotometri serapan atom (SSA) berdasarkan penguapan larutan sampel, kemudian logam yang terkandung didalamnya diubah menjadi atom bebas. Contoh uji yang mengandung unsur-unsur logam diaspirasikan pada suatu nyala, unsur tersebut kemudian akan dianalisis dalam bentuk atom bebas. Atom tersebut akan mengabsorpsi radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda (*hollow cathode lamp*) yang mengandung unsur yang akan ditentukan. Banyaknya penyerapan radiasi kemudian diukur pada panjang gelombang tertentu menurut jenis logamnya (Suarsa, 2015). Jumlah penyerapan radiasi selanjutnya diukur pada panjang gelombang tertentu sesuai jenis logamnya, seperti unsur logam timbal diukur pada panjang gelombang 283,8 nm.

Menurut Suarsa (2015) dalam jurnalnya, jika radiasi elektromagnetik dikenakan kepada suatu atom, maka elektron akan tereksitasi dari tingkat dasar ke tingkat tinggi. Hal tersebut dikarenakan setiap panjang gelombang memiliki energi yang spesifik untuk dapat tereksitasi ke tingkat yang lebih tinggi. Aspek kuantitatif diterangkan pada hukum Lambert-Beer, sebagai berikut:

1. Hukum Lambert menyatakan bila suatu sumber sinar monokromatik melewati medium transparan, maka intensitas sinar yang diteruskan berkurang dengan bertambahnya ketebalan medium yang mengabsorpsi.
2. Hukum Beer menyatakan intensitas sinar yang diteruskan berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi spesi yang menyerap sinar tersebut.

Persamaan dari kedua hukum tersebut, sebagai berikut:

$$A = \varepsilon \cdot b \cdot c \text{ atau } A = a \cdot b \cdot c$$

Keterangan:

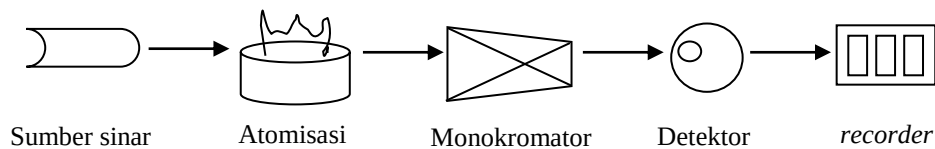
A = absorbansi

ε = absorptivitas molar (mol/L)

a = absorbtivitas (g/L)

b = tebal nyala (nm)

c = konsentrasi (ppm)



Gambar 2.2 Skema Instrumentasi Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

(Gandjar dan Rohman, 2007)

Menurut Gandjar dan Rohman (2007) dalam bukunya, instrumentasi yang terdapat pada spektrofotometri serapan atom sebagai berikut:

1. Sumber sinar

Menurut Natsir (2019) dalam bukunya, sumber radiasi resonansi pada spektrofotometri serapan atom adalah lampu katoda berongga *hollow cathod lamp* (HCL) atau *electrodeless discharge tube* (EDT). Lampu katoda berongga terdapat gas pengisi untuk proses ionisasi. Gas pengisi yang biasa digunakan adalah argon (Ar), helium (He) atau neon (Ne). Fungsi lampu katoda adalah sebagai sumber cahaya untuk memberikan energi sehingga unsur logam yang akan diuji mudah tereksitasi (Gandjar dan Rohman, 2007). Proses ionisasi gas-gas terjadi ketika kedua elektroda diberi tegangan, arus listrik. Ion-ion gas yang bermuatan positif menembaki atom-atom yang terdapat pada katoda sehingga menyebabkan atom-atom tereksitasi ke tingkat dasar dengan melepaskan energi.

2. Atomisasi

Atomisasi terdiri dari *nebulizer* (sistem pengabut), *spray chamber* dan *burner* (sistem pembakar). Komponen atomisasi memiliki fungsinya masing-masing seperti, *nebulizer* berfungsi sebagai pengubah larutan menjadi aerosol (butir-butir kabut dengan ukuran partikel 15-20 μm), *spray chamber* berfungsi menghomogenkan campuran antara gas oksidan, bahan bakar dan aerosol yang mengandung sampel sebelum masuk ke *burner* tempat terjadinya atomisasi, sedangkan *chopper* digunakan untuk membedakan radiasi yang berasal dari sumber radiasi dan dari nyala api (Natsir, 2019).

3. Monokromator

Radiasi resonansi yang berada pada lampu katoda, sebagian energi akan diserap dan sebagian akan diteruskan. Pemilihan atau pemisahan radiasi tersebut dilakukan oleh monokromator. Fungsi monokromator adalah mengecilkan garis resonansi dari semua garis yang tak terserap (Natsir, 2019).

4. Detektor

Detektor berfungsi untuk mengukur radiasi yang ditransmisikan oleh sampel dan mengukur intensitas radiasi dalam bentuk energi listrik. Disamping itu, radiasi yang diterima oleh detektor tidak hanya dari resonansi, tapi berasal dari emisi dalam nyala. Emisi tersebut berasal dari emisi atom yang timbul dari atom-atom yang sedang dianalisis atau berasal dari emisi pita molekul.

5. Recorder

Recorder berfungsi untuk mengubah sinyal yang diterima menjadi sinyal digital dengan satuan absorbansi. Sinyal listrik yang keluar dari detektor diterima dan diterjemahkan dalam bentuk kurva absorbansi (Natsir, 2019).

2.5 Metode Destruksi Basah

Destruksi merupakan suatu proses pemecahan senyawa menjadi unsur-unsurnya sehingga dapat dianalisis (Kristianingrum, 2012). Istilah destruksi juga disebut perombakan dari logam organik menjadi logam anorganik. Metode destruksi umumnya dilakukan dengan dua teknik, salah satunya teknik destruksi basah atau tertutup. Teknik destruksi basah dilakukan dengan menambahkan pereaksi asam untuk mendekomposisi sampel. Fungsinya untuk menguraikan atau memecahkan bentuk senyawa logam menjadi bentuk logam anorganik ataupun unsur-unsurnya untuk dianalisis (Rusniawati dkk, 2018).

Dekomposisi sampel dengan metode destruksi basah dilakukan dengan menambahkan pereaksi asam tertentu ke dalam suatu bahan yang akan dianalisis (Kristianingrum, 2012). Pereaksi asam yang digunakan antara lain asam nitrat, asam sulfat, asam perklorat dan asam klorida. Semua pelarut tersebut dapat digunakan secara tunggal maupun campuran. Jika didalam sampel dimasukkan asam pengoksida, selanjutnya dipanaskan pada temperatur yang cukup tinggi dan

kontinu pada waktu yang cukup lama, maka sampel akan teroksidasi sempurna sehingga akan meninggalkan berbagai elemen-elemen pada larutan asam dalam bentuk senyawa anorganik yang sesuai dianalisis (Marpaung, 2019).

Kesempurnaan destruksi ditandai dengan diperolehnya larutan jernih pada larutan destruksi. Hal tersebut menunjukkan semua konstituen yang ada telah larut sempurna atau perombakan senyawa organik telah berjalan dengan baik. Umumnya, proses destruksi menggunakan pemanas listrik atau *hotplate*. Namun dalam usaha pengembangan telah dilakukan modifikasi dari peralatan yang digunakan, seperti penelitian Rodiana dkk, (2013) melakukan destruksi basah menggunakan *microwave digestion*. Cara kerjanya berdasarkan gelombang mikro untuk proses destruksi. Sampel dalam kondisi pH rendah yang mengalami peningkatan suhu dan tekanan akan menyebabkan kecepatan dekomposisi termal dari sampel sehingga membuat logam larut (Rodiana dkk, 2013).

Marpaung (2019) menyatakan, destruksi basah lebih baik dari pada destruksi kering. karena tidak banyak bahan yang hilang dengan suhu yang tinggi. Di samping itu, destruksi basah umumnya dilakukan untuk memperbaiki destruksi kering yang memerlukan waktu yang lama.

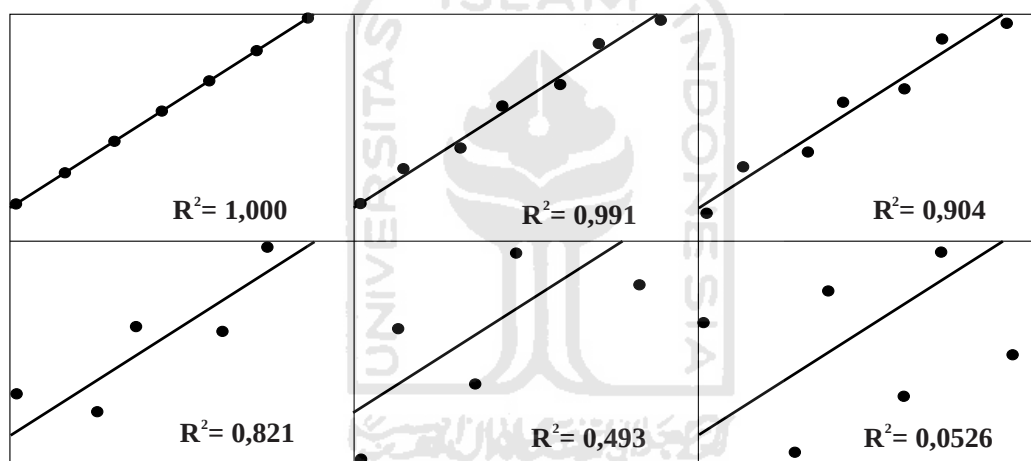
2.6 Validasi Metode

Validasi metode adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, melalui percobaan laboratorium untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan (Harmita, 2004). Pentingnya dilakukan validasi untuk kontrol kualitas dan memberikan jaminan bahwa pengukuran dapat dipercaya. Validasi umumnya digunakan untuk metode analisis yang baru dibuat dan baru dikembangkan. Tujuannya untuk membuktikan metode non standar maupun metode yang dikembangkan valid atau baik untuk diterapkan pada pengujian. Validasi sangat penting dilakukan untuk mengetahui tingkat kepercayaan yang dihasilkan dari suatu metode pengujian (Riyanto, 2014). Parameter validasi metode uji meliputi linearitas, limit deteksi, limit kuantifikasi, presisi, akurasi dan ketidakpastian pengukuran (Riyanto, 2014).

2.5.1 Linearitas

Linearitas adalah suatu metode analisis untuk memberikan respon secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematik yang baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Linearitas umumnya dinyatakan dalam variansi disekitar arah garis regresi yang dihitung berdasarkan persamaan matematik, yaitu persamaan garis lurus dengan metode kuadrat terkecil antara hasil analisis terhadap data konsentrasi analit yang diperoleh (Riyanto, 2014).

Adanya hubungan antara linear dan koefisien korelasi yang digunakan pada analisis regresi linear $y = ax + b$, maka arah garis yang ideal berhubungan dengan dicapai nilai $b = 0$ dan $r = +1$ atau $r = -1$ bergantung pada arah garis dan nilai a menunjukkan sensitivitas analisis terutama instrumen yang digunakan (Riyanto, 2014).



Gambar 2.3 Perbandingan Linearitas Tiap Nilai Koefisien Determinasi (R^2) (Riyanto, 2014)

Metode ini digambarkan linear jika ada perbandingan lurus antara respon metode dan konsentrasi analit matriks selama dalam rentang konsentrasi analit.

2.5.2 *Limit of detection (LOD)* dan *limit of quantitation (LOQ)*

Batas deteksi atau limit deteksi merupakan jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi dan masih memberikan respon signifikansi dibandingkan dengan blanko. Limit deteksi adalah parameter uji batas. Batas kuantitasi atau limit kuantitasi merupakan parameter kuantitasi terkecil analit dalam sampel yang masih memenuhi kriteria cermat dan seksama (Harmita,

2004). Menurut Riyanto (2014), penentuan *limit of detection* (LOD) dan *limit of quantitation* (LOQ) memiliki 3 cara:

1. *Signal to noise*

Metode ini menunjukkan kebisingan analit puncak ke puncak yang diukur, disekitar waktu retensi analit, kemudian konsentrasi analit yang akan menghasilkan sinyal sama dengan nilai tertentu dari kebisingan untuk sinyal rasio diperkirakan. Ratio sebuah *signal to noise* (S/N) dari tiga umumnya diterima untuk menentukan *limit of detection* (LOD) dan ratio dari sepuluh digunakan untuk menentukan *limit of qualification* (LOQ).

2. Penentuan blanko

Metode diterapkan ketika analisis blanko memberikan hasil standar deviasi tidak nol. *Limit of detection* (LOD) ditunjukkan sebagai konsentrasi analit yang sesuai dengan nilai blanko sampel ditambah tiga standar deviasi. *Limit of qualification* (LOQ) merupakan konsentrasi analit yang sesuai dengan nilai blanko sampel ditambah sepuluh standar deviasi.

$$\text{LOD} = \bar{x} + 3 \frac{s_y}{\bar{x}}$$

$$\text{LOQ} = \bar{x} + 10 \frac{s_y}{\bar{x}}$$

$\bar{x}$ = rata-rata konsentrasi blanko

$\frac{s_y}{\bar{x}}$ = standar deviasi.

3. Kurva kalibrasi

Metode ini digunakan untuk menghitung sensitivitas slope dan *limit of detection* (LOD) serta *limit of qualification* (LOQ). Diasumsikan bahwa, respon instrumen y berhubungan linear dengan konsentrasi x standar untuk rentang yang terbatas. Persamaan:

$$\text{LOD} = \frac{3 \times S_y/\bar{x}}{\text{slope}}$$

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times S_y/\bar{x}}{\text{slope}}$$

Keterangan:

$\frac{s_y}{\bar{x}}$ = standar deviasi

2.5.3 Presisi

Presisi merupakan kedekatan hasil analisis pengukuran dari serangkaian pengukuran ulang dari ukuran yang sama. Hal tersebut menunjukkan kesalahan acak yang terjadi pada suatu metode. Presisi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual yang diukur dari rata-rata hasil penyebaran (Harmita, 2004). Presisi diukur dari simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien korelasi). Presisi dapat dinyatakan sebagai *repeatability* (keterulangan) atau *reproducibility* (ketertiruan) (Riyanto, 2014).

Repeatability (keterulangan) adalah keseksamaan metode yang dilakukan berulang kali oleh analis yang sama pada kondisi sama dalam interval waktu yang pendek. *Reproducibility* (ketertiruan) adalah keseksamaan metode yang dilakukan pada kondisi serta analisis dalam laboratorium yang berbeda, analisis dalam laboratorium yang berbeda maupun penggunaan peralatan, pereaksi, pelarut dan analis yang berbeda juga. Pelaksanaan *repeatability* terpisah dari sampel-sampel identik, yang terpisah dari batch yang sama sehingga memberikan ukuran keseksamaan dalam kondisi normal. Pelaksanaan *reproducibility* berasal dari cuplikan sampel yang diduga identik dari batch yang sama (Harmita, 2004).

Kriteria keseksamaan diberikan jika metode memberikan simpangan baku relative (RSD) atau koefisien variasi (CV) 2% atau kurang. Kriteria tersebut sangat fleksibel sesuai dengan konsentrasi analit yang dianalisis jumlah sampel dan kondisi laboratorium. Pengukuran kuantitatif dapat ditentukan dengan menganalisis sampel secara berulang-ulang dan menghitung simpangan baku hingga dapat dihitung nilai koefisien variasi dengan rumus:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$
$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

Keterangan:

n = pengulangan

SD = standar deviasi

$\bar{x}$ = nilai rata-rata

RSD = *relative standar deviation*

Nilai CV ini lalu dibandingkan dengan CV Horwitz, melalui persamaan:

$$CV \text{ Horwitz} = 2^{1-0.5\log c}$$

Diketahui bahwa C merupakan fraksi konsentrasi dan dinyatakan sebagai pangkat dari 10. Uji presisi dianggap baik jika persentase RSD yang diperoleh masuk dalam batas keberterimaan yaitu $\%RSD < 2/3$ CV Horwitz (Ratnawati dkk, 2019).

2.5.4 Akurasi

Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Umumnya dinyatakan dalam bentuk persentase, persen perolehan kembali (*recovery*) (%) (Harmita, 2004). Akurasi merupakan perbedaan ukuran antara hasil tes yang diharapkan dengan nilai referensi yang diterima, karena metode yang sistematis dan kesalahan laboratorium. Akurasi dan presisi memiliki persamaan, yaitu menentukan kesalahan analisis. Kesalahan analisis pada akurasi ditentukan dengan menggunakan *certified reference material* (CRM), studi kalaborasi, metode referensi atau dengan perbandingan metode yang lain. Hal ini umum dilakukan untuk pengukuran akurasi dari analisis sampel yang berbeda konsentrasi (rendah, sedang dan tinggi) (Harmita, 2004).

Menurut (Riyanto, 2014) ada beberapa metode untuk menentukan nilai akurasi salah satunya yaitu, menggunakan metode *certified reference material* (CRM) atau *standard reference material* (SRM) (Riyanto, 2014). Penentuan *recovery* dengan metode *certified reference material* (CRM) dan *standard reference material* (SRM) mempunyai nilai tertelusur ke (*standard international*) SI sehingga dapat dijadikan nilai acuan (*reference value*) untuk nilai yang sebenarnya.

Pengujian akurasi dilakukan dengan menganalisis contoh yang diperkaya dengan sejumlah analit yang ditetapkan (Purwanto dkk, 2007). Jumlah absolut yang diperoleh dari analisis dan jumlah yang diperoleh dari pengujian yang sama untuk contoh (tanpa penambahan analit). *Standard reference material* (SRM) disiapkan untuk membantu pengembangan metode analisis yang akurat, kalibrasi serta jaminan kualitas (Riyanto, 2014).

Penentuan akurasi dengan metode *standard reference material* (SRM) dapat ditentukan dengan persamaan sebagai berikut (Riyanto, 2014):

$$\text{Recovery}(\%) = \frac{\text{konsentrasi terukur}}{\text{konsentrasi sebenarnya}} \times 100\%$$

Recovery tidak harus 100%, tetapi tingkat *recovery* (analit dan standar internal) harus konsisten untuk semua konsentrasi yang diuji.

2.5.6 Ketidakpastian Pengukuran

Menurut ISO/IEC 17025:2005 prosedur perhitungan estimasi ketidakpastian harus dipenuhi dan diterapkan laboratorium pengujian atau kalibrasi. Ketidakpastian pengukuran dalam istilah yang lebih praktis ialah sebagai probabilitas atau tingkat keyakinan (Riyanto, 2014). Ketidakpastian pengukuran dalam validasi metode harus dilakukan karena ketidakpastian pengukuran ini memberikan jaminan hasil dan kehandalan atau kapabilitas suatu laboratorium pengujian atau kalibrasi. Selain itu ketidakpastian juga digunakan untuk mengevaluasi laboratorium-laboratorium uji yang ikut dalam uji profisiensi (Kusumaningtyas, dkk, 2016).

Ketidakpastian adalah suatu parameter untuk menetapkan rentang nilai yang didalamnya terdapat nilai benar (*true value*). Komponen ketidakpastian digabung menjadi suatu rentang tunggal atau ketidakpastian keseluruhan. Nilai ketidakpastian ditunjukkan dengan tanda $\pm$ (plus minus), sehingga contoh hasil pengukuran dinyatakan dalam $X \pm U$. Jika dijabarkan menjadi $X - U$ sampai $X + U$. Penentuan rentang dikenal sebagai *uncertainly measurement* (ketidakpastian pengukuran) (Kusumaningtyas, dkk, 2016).

Ada 2 kategori komponen ketidakpastian, yaitu tipe A berdasarkan pekerjaan eksperimental dan dihitung dari rangkaian pengamatan berulang, sedangkan tipe B berdasarkan informasi yang dapat dipercaya (Kusumaningtyas, dkk, 2016). Komponen penyumbang ketidakpastian dapat diidentifikasi melalui *fish bone* (tulang ikan) (Kusumaningtyas, dkk, 2016). Sumber-sumber ketidakpastian dapat berasal dari instrumen, sampling, preparasi contoh, peralatan, kesalahan acak sistematis serta personil.

BAB III METODOLOGI

3.1 Alat Penelitian

Alat yang digunakan untuk penelitian antara lain labu ukur $100 \pm 0,10$ mL (Iwaki), labu ukur $50 \pm 0,06$ mL (Iwaki), gelas beaker 100 mL (Iwaki), pipet ukur $1 \pm 0,01$ mL (Asisten), pipet ukur $5 \pm 0,045$ mL (EM), pipet volume $10 \pm 0,01$ mL (Iwaki), pipet tetes, gelas ukur $100 \pm 1,0$ mL (Iwaki), erlenmeyer 250 mL (Iwaki), kertas seka, kertas saring, kaca arloji, spatula, neraca analitik, pH universal, propipet, *rotary agitator*, *microwave digestion* merk *speed wave entry* dan instrumen spektrofotometri serapan atom (SSA) merk *thermo scientific ICE 3000 series*.

3.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan untuk penelitian antara lain sampel limbah padat abu terbang (*fly ash*), akuades, larutan asam nitrat (HNO_3) pekat, larutan asam nitrat (HNO_3) 5N, larutan *standard reference material* (SRM) timbal 1000 mg/L, larutan *standard reference material* (SRM) tembaga 1000 mg/L dan larutan *buffer* pH 2

3.3 Cara Kerja

1. Pembuatan larutan baku timbal 100 mg/L

Sebanyak 10 mL larutan *standard reference material* (SRM) timbal 1000 mg/L dipipet, kemudian ditambahkan dengan larutan asam nitrat (HNO_3) 5N sebanyak 5 mL ke dalam labu ukur 100 mL. Larutan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas dan dihomogenkan.

2. Pembuatan larutan baku tembaga 100 mg/L

Sebanyak 10 mL larutan *standard reference material* (SRM) tembaga 1000 mg/L dipipet kemudian ditambahkan dengan larutan asam nitrat (HNO_3) 5N sebanyak 5 mL ke dalam labu ukur 100 mL. Larutan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas dan dihomogenkan.

3. Pembuatan deret standar timbal dan tembaga

1) Pembuatan larutan ion timbal 0; 0,5; 1; 2; 3,5; 5; 7 dan 10 mg/L

Sebanyak 0; 0,25; 0,5; 1,5; 1,75; 2,5; 3,5 dan 5 mL larutan baku timbal 100 mg/L dipipet dan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL. Larutan ditepatkan dengan akuades sampai batas tera dan dihomogenkan.

2) Pembuatan larutan ion tembaga 0; 0,5; 1; 2,5; 3 dan 3,5 mg/L

Sebanyak 0; 0,25; 0,5; 1,25; 1,5 dan 1,75 mL larutan baku tembaga 100 mg/L masing-masing dipipet dan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL. Larutan ditepatkan dengan akuades sampai batas tera dan dihomogenkan.

4. Preparasi sampel

1) *Toxicity characteristics leaching procedure* (TCLP)

Sebanyak ± 10 g sampel ditimbang kemudian dilarutkan dengan akuades. Sampel dicek pH-nya menggunakan pH universal. Jika sampel menunjukkan pH < 5 , sampel ditambahkan larutan buffer 1. Jika pH > 5 , sampel ditambahkan larutan buffer 2. Sebanyak 96,5 mL larutan *buffer* 2 dan 5 mL asam nitrat (HNO_3) pekat ditambahkan ke dalam sampel. Sampel digoyangkan selama 18 jam dengan *rotary agitator*.

2) Destruksi basah

Sampel yang telah melalui tahap *toxicity characteristic leaching procedure* (TCLP) didestruksi. Sebanyak 50 mL sampel ditambahkan 5 mL HNO_3 pekat. Didestruksi sampel menggunakan *microwave digestion* selama 24 menit. Sampel didiamkan hingga dingin kemudian disaring dengan kertas saring.

5. Pengukuran kurva kalibrasi

Larutan deret standar timbal 0; 0,5; 1; 2; 3,5; 5; 7 dan 10 mg/L diaspirasikan ke dalam spektrofotometri serapan atom dengan panjang gelombang 283,8 nm dan diukur serapannya. Pengukuran serapan dilanjutkan dengan mengaspirasikan deret standar tembaga 0; 0,5; 1; 2,5; 3 dan 3,5 mg/L dengan panjang gelombang 324,8 nm.

6. Pengukuran sampel

Sampel diaspirasikan ke dalam spektrofotometri serapan atom (SSA) kemudian diukur absorbansinya sebanyak 2 kali pengulangan.

7. Pengukuran presisi

Larutan deret standar timbal 0,5; 1; 2; 3,5; 5; 7; 10 mg/L dan tembaga 0,5; 1; 2,5; 3; 3,5 mg/L masing-masing diaspirasikan ke dalam spektrofotometri serapan atom (SSA) dan diukur serapannya.

8. Pengukuran akurasi

Larutan deret standar timbal 0,5; 1; 2; 3,5; 5; 7 dan 10 mg/L dan tembaga 0,5; 1; 2,5; 3 dan 3,5 mg/L masing-masing diaspirasikan ke dalam spektrofotometri serapan atom (SSA) dan diukur serapannya.



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Sampel

Preparasi sampel dilakukan dengan dua teknik, yaitu teknik *toxicity characteristics leaching procedure* (TCLP) dan teknik destruksi basah atau tertutup. Menurut Vilancia (2015), *toxicity characteristics leaching procedure* (TCLP) merupakan uji penting limbah B-3 sebelum dibuang ke lingkungan. *Toxicity characteristics leaching procedure* (TCLP) merupakan teknik ekstraksi menggunakan *rotary agitator* untuk melepaskan setiap logam berat atau kontaminan. Tujuannya untuk mengetahui tingkat toksikologi logam berat dalam limbah. Sedangkan destruksi merupakan suatu proses untuk menguraikan atau memecahkan senyawa logam menjadi bentuk logam anorganik ataupun unsur-unsurnya untuk dianalisis (Rusniawati dkk, 2018). Destruksi basah dilakukan dengan menambahkan pereaksi asam untuk mendekomposisi sampel.

Toxicity characteristics leaching procedure (TCLP) dilakukan dengan menimbang ± 10 g sampel limbah padat *fly ash* kemudian dilarutkan menggunakan akuades. Sampel dicek pH-nya terlebih dahulu sebelum ditambahkan larutan *buffer*. Sampel menunjukkan pH 6, sehingga larutan *buffer* yang ditambahkan adalah *buffer* pH 2. Sampel kemudian digoyangkan selama 18 jam dengan *rotary agitator*. Pengecekan pH juga dilakukan oleh Czop dan Piekarczyk (2019) dengan perolehan yang berbeda, sebesar 11. Menurut Czop dan Piekarczyk (2019) dalam penelitiannya, nilai pH >9 pada abu terbang dapat mengindikasikan kandungan logam berat yang tinggi dalam materi.

Sebanyak 50 mL sampel yang telah di TCLP kemudian di destruksi basah dengan menambahkan larutan HNO_3 pekat. Penambahan HNO_3 bertujuan untuk mempercepat proses destruksi dan sebagai pengoksidator yang kuat. Proses destruksi dilakukan menggunakan alat berupa *microwave digestion*, seperti Rodiana (2013) dan Loginova, dkk (2019). Rodiana (2013) menyatakan dalam penelitiannya, bahwa metode asam tertutup atau *microwave digestion* merupakan destruksi basah yang paling direkomendasikan untuk analisis logam berat.

Kelebihan yang dimiliki, tidak ada unsur-unsur volatil yang hilang dan waktu pengerjaan yang singkat. Proses destruksi dijalankan secara otomatis selama 24 menit. Cara kerja *microwave digestion* menggunakan gelombang mikro pada proses destruksi (Rodiana dkk, 2013).

4.2 Penetapan Konsentrasi Timbal dan Tembaga dalam Sampel Abu Terbang (*Fly ash*)

Penetapan konsentrasi timbal dan tembaga dilakukan dengan menganalisis larutan sampel dengan spektrofotometri serapan atom (SSA) sebanyak 2 (dua) kali pengulangan. Prinsip pengujian spektrofotometri serapan atom ada pada penyerapan cahaya oleh atom. Atom akan menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya. Atom bebas berinteraksi dengan berbagai bentuk energi seperti energi panas, energi elektromagnetik, energi kimia dan energi listrik, sehingga menghasilkan absorpsi, emisi (pancaran), radiasi dan panas. Adsorpsi emisi menyebabkan adanya transisi elektronik yaitu perpindahan elektron dalam atom dari elektron tingkat satu ke tingkat lainnya (Natsir, 2019).

Tabel 4.1 Penentuan Konsentrasi Timbal (Pb) dalam Sampel

Sampel Timbal	Absorbansi rata rata	Konsentrasi sampel (mg/kg)
Replika 1	0,000	Tidak terdeteksi
Replika 2	0,000	Tidak terdeteksi

Tabel 4.2 Penentuan Konsentrasi Tembaga (Cu) dalam Sampel

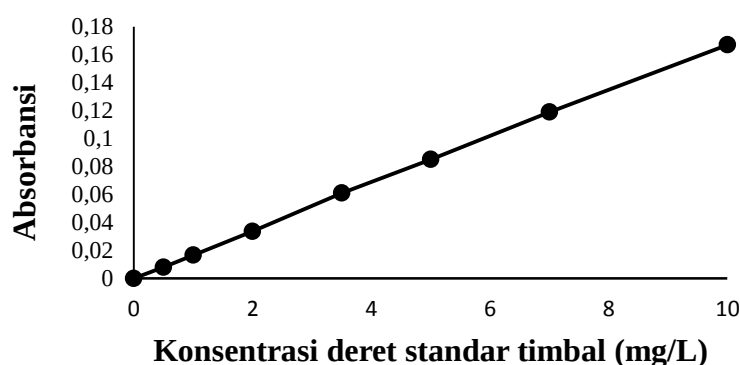
Sampel Tembaga	Absorbansi rata rata	Konsentrasi sampel (mg/kg)
Replika 1	0,065	7,12
Replika 2	0,065	7,12

Penetapan konsentrasi sampel bertujuan untuk mengetahui kandungan logam berat timbal dan tembaga dalam abu terbang (*fly ash*) berdasarkan baku mutu keberterimaan Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 85 Tahun 1999, sebesar <5,0 mg/L atau 5,0 mg/kg untuk timbal dan <10,0 mg/L atau 10,0 mg/kg untuk tembaga, dengan asumsi berat jenis batu bara 1 g/L (Wiyono dan

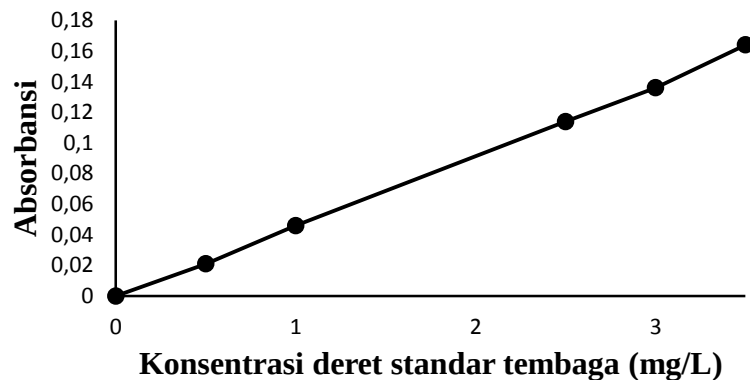
Wahyudi, 2013). Berdasarkan Tabel 4.1 dan Tabel 4.2 kedua logam berat, timbal dan tembaga memenuhi syarat keberterimaan sehingga relatif aman. Perolehan hasil Tabel 4.1 menyatakan kandungan logam timbal dalam sampel tidak terdeteksi, hasil tersebut berbeda pada penelitian Asano (2010), Loginova, dkk (2019) Zhang, dkk (2020) dan verma, dkk (2016) dengan perolehan kandungan yang tinggi, masing-masing sebesar (0,11-10 mg/L); 26 mg/kg; 8,95 mg/L; (1100-4769 mg/kg) dan 34,809 mg/L. Sedangkan pada Tabel 4.2, menunjukkan kandungan logam tembaga dalam sampel yang terdeteksi sebesar 7,12 mg/kg. Hasil yang baik juga ditunjukkan pada penelitian Hamidi, dkk (2014), Loginova, dkk (2019) masing-masing sebesar 5,735 mg/L dan 0,10 mg/kg.

4.3 Penentuan Linearitas Timbal dan Tembaga

Uji linearitas ditentukan menggunakan konsentrasi deret standar. Variasi konsentrasi deret standar timbal dan tembaga yang digunakan yaitu 0; 0,5; 1; 2; 3,5; 5; 7 dan 10 mg/L dan 0; 0,5; 1; 2,5; 3 dan 3,5 mg/L. Konsentrasi deret tersebut kemudian diukur dengan spektrofotometri serapan atom (SSA) dengan masing-masing panjang gelombang timbal dan tembaga sebesar 283,8 nm dan 324,8 nm. Persamaan garis linear di dapatkan dengan menghubungkan absorbansi deret standar dan konsentrasi deret standar. Persamaan regresi linear yaitu $y = ax + b$.



Gambar 4.1 Grafik Kurva Kalibrasi Deret Standar Timbal



Gambar 4.2 Grafik Kurva Kalibrasi Deret Standar Tembaga

Menurut Riyanto (2014) nilai r berhubungan dengan arah garis. Jika $r = +1$ (tanda positif) ditandai dengan arah garis yang miring ke kanan, sedangkan $r = -1$ (tanda negatif) menunjukkan arah garis miring ke kiri. Garis yang linear digambarkan jika ada perbandingan lurus antara respon metode dan konsentrasi analit matriks selama dalam rentang konsentrasi analit. Linearitas yang baik ditunjukkan dengan persyaratan keberterimaan koefisien determinasi ($R^2 \geq 0,995$ (US.EPA, 2007) dan koefisien korelasi $r \geq 0,99$ (SNI 06-6992.3, 2004).

Berdasarkan Gambar 4.1 dan 4.2, terlihat kedua kurva logam timbal dan tembaga linear, dengan perolehan koefisien determinasi (R^2) timbal = 0,9997 dan koefisien determinasi (R^2) tembaga = 0,9993. Lain halnya dengan hasil penelitian Yao dkk, (2020) dengan perolehan koefisien determinasi timbal ($R^2 = 0,978$) dan tembaga ($R^2 = 0,968$) yang tidak baik. Sedangkan korelasi logam timbal Asano dkk, (2010), memperoleh hasil yang baik dengan (r) = 0,996.

4.4 Penentuan *limit of detection* (LOD) dan *limit of quantitation* (LOQ)

Timbal dan Tembaga

Limit of detection (LOD) dan *limit of quantitation* (LOQ) dapat ditentukan secara statistik melalui garis regresi linear dari kurva kalibrasi melalui persamaan garis linear $y = ax + b$. Persamaan garis linear diperoleh dari variasi konsentrasi standar timbal dan tembaga yang dibuat. Metode perhitungan didasarkan pada simpangan baku respon dan slope kurva (Riyanto, 2014). Menurut Harmita

(2004) *limit of detection* (LOD) merupakan batas terkecil analit yang dapat dideteksi analit sampel yang masih memberikan respon. *limit of detection* (LOD) menyatakan apakah analit tersebut ada diatas atau dibawah nilai tersebut, sedangkan *limit of quantitation* (LOQ) merupakan batas kuantitatif terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama.

Tabel 4.3 Hasil Perhitungan LOD Dan LOQ Logam Timbal (mg/L)

Absorbansi (y)	Absorbansi (y ₁)	(y- y ₁) ²
0,000	0,0003	0,0000001
0,008	0,0087	0,0000005
0,017	0,0171	0,0000000
0,034	0,0339	0,0000000
0,061	0,0591	0,0000036
0,085	0,0843	0,0000005
0,119	0,1179	0,0000012
0,167	0,1683	0,0000017
Jumlah		0,0000076

Tabel 4.4 Hasil Perhitungan LOD Dan LOQ Logam Tembaga (mg/L)

Absorbansi (y)	Absorbansi (y ₁)	(y- y ₁) ²
0	-0,0011	0,0000012
0,021	0,0221	0,0000012
0,046	0,0453	0,0000005
0,114	0,1149	0,0000008
0,136	0,1381	0,0000044
0,164	0,1613	0,0000073
Jumlah		0,0000154

Berdasarkan Tabel 4.3 dan 4.4, hasil pengujian menunjukkan nilai *limit of detection* (LOD) logam timbal dan tembaga sebesar 0,2010 mg/L dan 0,1269 mg/L, artinya konsentrasi 0,2010 mg/L dan 0,1269 mg/L merupakan jumlah terkecil logam timbal dan tembaga dalam sampel yang dapat dideteksi dan memberikan respon yang signifikan terhadap instrumen spektrofotometri serapan atom. *Limit of quantitation* (LOQ) yang diperoleh sebesar 0,6699 mg/L pada logam timbal dan 0,4231 mg/L pada logam tembaga, artinya nilai tersebut merupakan kuantitas terkecil yang masih memenuhi kriteria secara cermat dan seksama. Apabila nilai *limit of detection* (LOD) dan *limit of quantitation* (LOQ)

berada dibawah konsentrasi sampel, maka metode dapat diterima. Berdasarkan perolehan hasil yang disajikan pada Tabel 4.3 dan 4.4, metode analisis sangat cocok untuk logam tembaga dibanding timbal. Batas deteksi logam timbal serupa pada penelitian (Loginova dkk, 2019), namun hasil yang berbeda ditunjukkan dalam penelitian Asanoa, dkk (2010) untuk penentuan batas deteksi logam timbal yang baik.

4.5 Penentuan Presisi Logam Timbal dan Tembaga

Presisi logam timbal dan tembaga ditentukan menggunakan perhitungan *relative standard deviation* (RSD). Penentuannya berasal dari pengenceran larutan *standard reference material* (SRM) timbal dan tembaga 1000 mg/L, yang masing-masing menjadi konsentrasi deret standar logam timbal 0,5; 1; 2; 3,5; 5; 7 dan 10 mg/L dan tembaga 0,5; 1; 2,5; 3 dan 3,5 mg/L. Uji presisi dianggap baik jika persentase RSD yang diperoleh masuk dalam batas keberterimaan yaitu $\%RSD \leq 2/3$ CV Horwitz (Ratnawati dkk, 2019) dan $\%RSD < 2\%$.

Tabel 4.5 Hasil Perhitungan Presisi Timbal

x	x terhitung	y	$(y-\bar{y})^2$
0,5	0,4583	0,008	0,00285
1	0,9676	0,017	0,00197
2	1,9795	0,034	0,00075
3,5	3,6131	0,061	0,00000
5	5,0417	0,085	0,00056
7	7,0589	0,119	0,00332
10	9,9226	0,167	0,01116
$\bar{x} = 4,14$		$\bar{y} = 0,0701$	$\Sigma = 0,0201$

Tabel 4.6 Hasil Perhitungan Presisi Logam Tembaga

x (x)	C terhitung	Abs (y)	$(y-\bar{y})^2$
0,5	0,4763	0,021	0,00350
1	1,0151	0,046	0,00117
2,5	2,4806	0,114	0,00114
3	2,9547	0,136	0,00311
3,5	3,5582	0,164	0,00702
$\bar{x} = 2,1$		$\bar{y} = 0,0962$	$\Sigma = 0,0147$

Berdasarkan Tabel 4.5 dan 4.6 di atas, diperoleh masing – masing nilai presisi logam timbal dan tembaga sebesar 0,07% dan 2,58% dengan nilai $2/3CV$ Horwitz sebesar 8,61% dan 9,54%. Hasil presisi kedua logam baik dan memenuhi syarat nilai $\%RSD \leq 2/3 CV$ Horwitz. Presisi yang baik juga ditunjukkan pada penelitian Asanoa, dkk (2010) untuk logam timbal dan Mester, dkk (1999) untuk logam timbal serta tembaga.

4.6 Penentuan Akurasi Logam Timbal dan Tembaga

Nilai akurasi pada sebuah analisis menunjukkan kedekatan nilai hasil pengukuran dengan nilai sebenarnya. Metode penentuannya pun beragam, salah satunya menggunakan larutan *standard reference material* (SRM) atau *certified reference material* (CRM). Penentuan akurasi pada pengujian ini menggunakan larutan *standard reference material* (SRM) yang tertelusur pada *standard reference material* (SRM) NIST. Penentuan akurasi menggunakan metode SRM atau CRM juga dilakukan pada penelitian Poykio, dkk (2016) dan Mester, dkk (1999).

Nilai akurasi ditentukan dengan menganalisis larutan deret standar logam timbal dan tembaga yang berasal dari pengenceran larutan *standard reference material* (SRM) 1000 mg/L. Konsentrasi larutan standar timbal yang digunakan 0,5; 1; 2; 3,5; 5; 7 dan 10 mg/L dan tembaga 0,5; 1; 2,5; 3 dan 3,5 mg/L. Masing-masing deret dianalisis sehingga didapatkan nilai absorbansi pengukuran yang kemudian digunakan untuk menghitung konsentrasi hasil pengukuran.

Tabel 4.7 Hasil Perhitungan Akurasi Logam Timbal

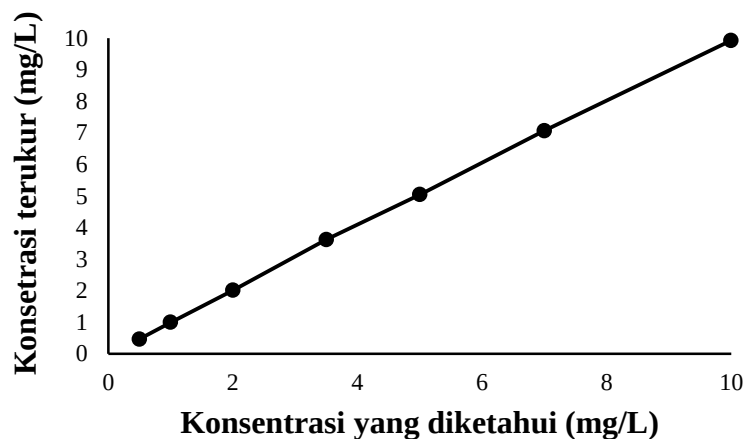
Konsentrasi standar Pb (mg/L)	Konsentrasi standar Pb (mg/L) (Hasil pengukuran)	%Recovery
0.5	0.4734	94,67%
1	0.9862	98,62%
2	1.9921	99,61%
3.5	3.6095	103,13%
5	5.0296	100,59%
7	7.0217	100,31%
10	9.8817	98,82%

Tabel 4.8 Hasil Perhitungan Akurasi Logam Tembaga

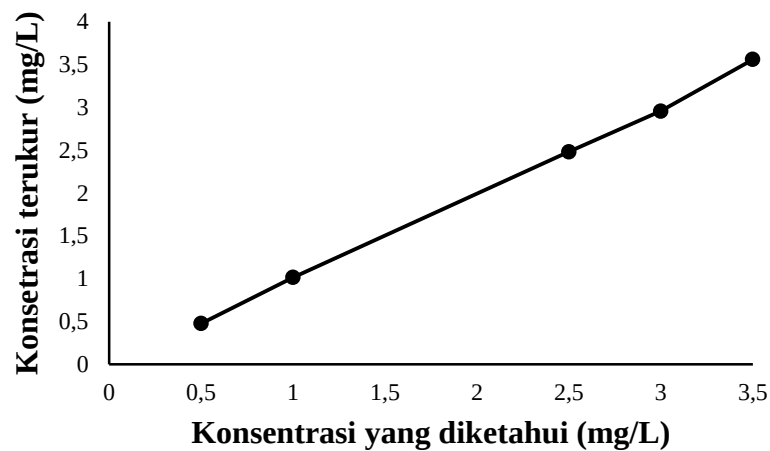
Konsentrasi standar Cu (mg/L)	Konsentrasi standar Cu (mg/L) (Hasil pengukuran)	%Recovery
0.5	0.4763	95,26%
1	1.0151	101,51%
2.5	2.4806	99,22%
3	2.9548	98,49%
3.5	3.5582	101,66%

Harga akurasi ditentukan dengan besarnya penyimpangan data hasil uji dengan harga sesungguhnya. Nilai akurasi yang baik menurut AOAC (*Association of Official Analytical Chemistry*, 2012) yaitu 80-110%. Berdasarkan Tabel 4.7 dan 4.8 yang disajikan, nilai %R logam timbal dan tembaga yang dihasilkan baik dengan rentang hasil akurasi yang diperoleh logam timbal sebesar (94,67% - 100,59%) dan tembaga sebesar (95,26% - 101,66%). Nilai akurasi yang baik juga ditunjukkan pada penelitian Messter, dkk (1999) dengan besar akurasi timbal (89,8%) dan tembaga (108,7%), serta pada penelitian Poykio, dkk (2015) timbal sebesar (85,5% - 100,8%) dan tembaga sebesar (99,5% - 102,8%).

Kedekatan nilai (akurasi) dapat dilihat pada Gambar 4.3 dan 4.4 di bawah ini, yang diperoleh dari hubungan nilai konsentrasi yang diketahui $r(x)$ dan konsentrasi terukur (y) .



Gambar 4.3 Grafik Hasil Penentuan Akurasi Logam Timbal

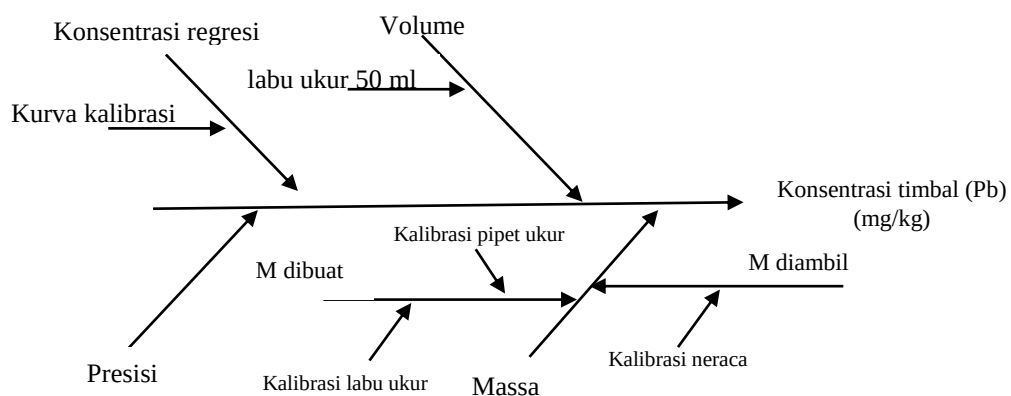


Gambar 4.4 Grafik Hasil Penentuan Akurasi Logam Tembaga

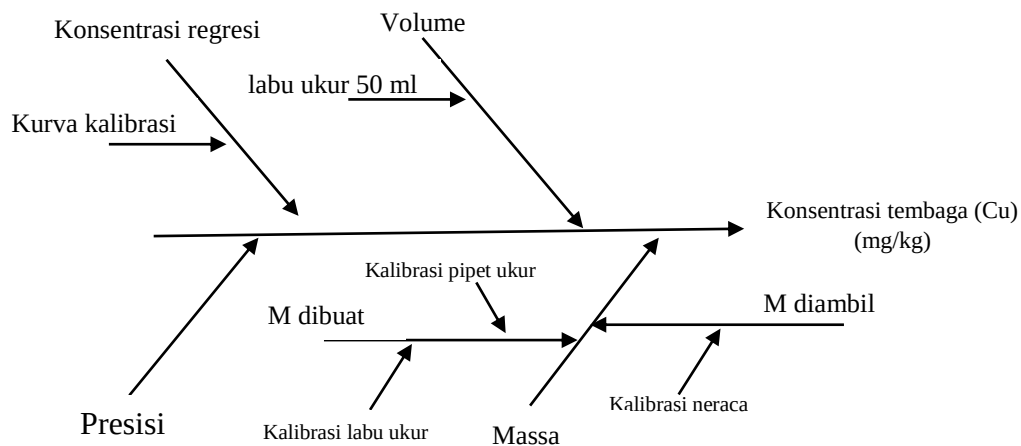
4.7 Estimasi ketidakpastian Logam Timbal dan Tembaga

Ketidakpastian pengukuran atau dalam istilah praktis ialah sebagai probabilitas atau tingkat keyakinan. Ketidakpastian adalah suatu parameter untuk menetapkan rentang nilai yang didalamnya terdapat nilai benar (*true value*). Estimasi ketidakpastian merupakan indikator yang dapat digunakan untuk menentukan kehandalan atau kapabilitas suatu laboratorium pengujian atau kalibrasi. Sumber-sumber ketidakpastian dapat berasal dari instrumen, sampling, preparasi contoh, peralatan, kesalahan acak sistematis serta personil (Riyanto, 2014).

Ketidakpastian diidentifikasi dengan menggunakan *fish bone* (tulang ikan). Sehingga penentuan konsentrasi logam timbal dan tembaga dapat ditunjukkan pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Diagram Tulang Ikan Penentuan Konsentrasi Timbal



Gambar 4.6 Diagram Tulang Ikan Penentuan Konsentrasi Tembaga

Berdasarkan Gambar 4.5 dapat dilihat, faktor penyumbang ketidakpastian dalam penentuan konsentrasi timbal dan tembaga meliputi massa sampel, volume contoh, kurva kalibrasi, volume larutan standar dan presisi yang kemudian nilai kontribusinya dapat dilihat pada Tabel 4.9 dan 4.10.

Tabel 4.9 Hasil Perhitungan Estimasi Ketidakpastian Logam Timbal

No	Ketidakpastian Asal	Nilai(x)	Satuan	$\mu(x)$	$(\mu x/x)^2$
1	Pipet ukur	1	mL	0,0058	$3,36 \times 10^{-5}$
2	Pipet ukur	5	mL	0,0260	$2,70 \times 10^{-5}$
3	Pipet volume	10	mL	0,0115	$1,34 \times 10^{-6}$
4	Labu ukur	100	mL	0,0577	$3,77 \times 10^{-7}$
5	Labu ukur	50	mL	0,0346	$5,06 \times 10^{-7}$
6	Kurva kalibrasi	-0,09	mg/kg	0,0591	0,4315
7	Massa sampel	10,001	g	0,0004	$1,68 \times 10^{-9}$
8	Presisi	2		0,0000	0,0000
9	Ketidakpastian gabungan			-0,0591	
10	Ketidakpastian diperluas			-0,12	

Berdasarkan Tabel 4.9 dan 4.10, parameter pengujian estimasi ketidakpastian meliputi, ketidakpastian volume contoh (μV_c) (pipet ukur, pipet volume dan labu ukur), ketidakpastian kurva kalibrasi (μC_x), ketidakpastian massa sampel (μM), ketidakpastian presisi (μP), ketidakpastian gabungan (μC) dan ketidakpastian diperluas (μU). Komponen ketidakpastian digabung menjadi

suatu rentang tunggal atau ketidakpastian keseluruhan. Diketahui hasil ketidakpastian diperluas (μU) logam timbal ialah -0,12 mg/L dan logam tembaga ialah 0,15 mg/L.

Tabel 4.10 Hasil Perhitungan Estimasi Ketidakpastian Logam Tembaga

No	Ketidakpastian Asal	Nilai(x)	Satuan	$\mu(x)$	$(\mu x/x)^2$
1	Pipet ukur	1	mL	0,0058	$3,36 \times 10^{-5}$
2	Pipet ukur	5	mL	0,0260	$2,70 \times 10^{-5}$
3	Pipet volume	10	mL	0,0115	$1,35 \times 10^{-6}$
4	Labu ukur	100	mL	0,0577	$3,77 \times 10^{-7}$
5	Labu ukur	50	mL	0,0346	$5,07 \times 10^{-7}$
6	Kurva kalibrasi	7,12	mg/kg	0,0348	$2,39 \times 10^{-5}$
7	Massa sampel	10,001	g	0,0004	$1,68 \times 10^{-9}$
8	Presisi	2		0,0000	0,0000
9	Ketidakpastian gabungan			0,0663	
10	Ketidakpastian diperluas			0,13	

Nilai ketidakpastian ditunjukkan dengan tanda $\pm$ (plus minus), sehingga hasil ketidakpastian tembaga menjadi $7,12 \pm 0,13$ mg/kg, dengan rentang $7,12 + 0,13$ mg/kg sampai $7,12 - 0,13$ mg/kg. Sedangkan ketidakpastian logam timbal - $0,09 \pm -0,12$ mg/kg, dengan rentang $-0,09 + (-0,12)$ mg/kg sampai $-0,09 - (-0,12)$ mg/kg.

Berdasarkan hasil validasi metode yang diperoleh, logam tembaga memiliki validasi yang baik, dari uji linearitas, batas deteksi dan batas kuantifikasi, akurasi, presisi serta ketidakpastian pengukuran dibandingkan logam timbal. Sehingga validasi metode logam tembaga layak digunakan untuk pengujian.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

1. Kandungan logam timbal dalam limbah padat *fly ash* tidak terdeteksi dengan konsentrasi sebesar $-0,09 \pm -0,12$ mg/kg, kemudian kandungan logam tembaga dalam sampel terdeteksi dengan konsentrasi sebesar $7,12 \pm 0,13$ mg/kg.
2. Nilai parameter validasi metode tiap logam yang diperoleh sebagai berikut,
 - 1) Validasi logam timbal didapatkan koefisien determinasi (R^2) = 0,9997; nilai LOD (0,2010 mg/L) dan LOQ (0,6699 mg/L); Nilai akurasi yang diperoleh keseluruhan sebesar 94,67%; 98,62%; 99,61%; 103,13%; 100,59%; 100,31%; 98,82% dan presisi sebesar 0,07%. Hasil ketidakpastiannya $-0,09 \pm -0,12$ mg/kg.
 - 2) Validasi logam tembaga didapatkan koefisien determinasi (R^2) = 0,9993; nilai LOD (0,1269 mg/L) dan LOQ (0,4231 mg/L); nilai akurasi yang diperoleh keseluruhan sebesar 95,26%; 101,51%; 99,22%; 98,49%; 101,66% dan presisi sebesar 2,58%. Hasil ketidakpastiannya $7,12 \pm 0,13$ mg/kg.

Berdasarkan hasil validasi metode yang diperoleh dapat dinyatakan, bahwa metode penentuan logam tembaga dalam limbah padat *fly ash* secara spektrofotometri serapan atom baik untuk digunakan dibanding logam timbal karena memiliki linearitas, batas deteksi dan batas kuantitas, akurasi, presisi serta ketidakpastian yang baik untuk analisis di Pusat Laboratorium Forensik.

5.2 Saran

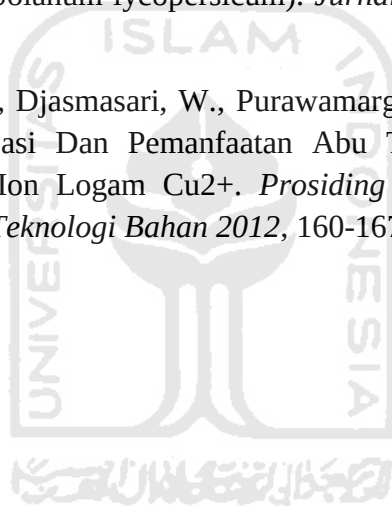
Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan masih memiliki kekurangan. Saran penulis untuk penelitian selanjutnya yaitu perlu dilakukannya kalibrasi instrumen untuk mendapatkan hasil pengujian yang tepat serta penentuan presisi menggunakan sampel dari berbagai pengulangan.

DAFTAR PUSTAKA

- Adhani, R., & Husaini. (2017). *Logam Berat Sekitar Manusia*. Banjarmasin: Lambung Mangkurat University Press.
- Apriyanti, A. P. (2015). *Pengaruh Abu Terbang Batubara Terhadap Timbulnya Gejala Dermatitis Kontak Pada Karyawan Bagian Boiler Di Pt. Indo Acidatama Tbk, Kemiri, Kebakkramat, Karanganyar*. Yogyakarta: UMS.
- Arif, I. (2014). *Batu Bara Indonesia*. Jakarta: Gramedia.
- Chrislundi, V. (2015). *Ash, Stabilisasi/Solidifikasi Limbah B-3 Mengandung Logam Berat Dan Hidrokarbon Dengan Semen Portland Dan Fly*. Surabaya: FTSP ITS.
- Haberl, J., Fromm, S., & Schuster, M. (2019). Digestions Vs. Suspensions: The Influence Of Sample Preparation On Precision And Accuracy In Total-Reflection X-Ray Fluorescence Analysis By The Example Of Waste Incineration Fly Ash. *Spectrochimica Acta Part B*, 82-90.
- Hamidi, A., Aman, & Drastinawati. (2014). Pemanfaatan Abu Terbang Batubara (Fly Ash) Sebagai Bahan Batako Yang Ramah Lingkungan. *Jurusan Teknik Kimia Universitas Riau Kampus Binawidya*, 1-5.
- Harmita. (2004). Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode Dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*, Vol.1 No.3, (117-135).
- Hua-lin, X., You-gen, T. Y.-j., & Li-bo, L. (2007). Determination Of Trace Multi-Elements In Coal Fly Ash By Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry. *Journal Central South University Technology*, 69-72.
- Karantonis, J. L. (2011). The Hazards of Fly Ash. *ADFA Journal Of Undergraduate Engineering Research*, Vol 4 (1).
- Kristianingrum, S. (2012). Kajian Berbagai Proses Destruksi Sampel Dan Efeknya. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian*, (pp. 195-202). Yogyakarta: UNY.
- Kusumaningtyas, D. I., Sumarno, D., & Purnama, P. (2016). Estimasi Ketidakpastian Pengukuran Dalam Metode Penentuan Fosfat (P-Po4) Secara Spektrofotometri . *Buletin Teknik Litkayasa*, Vol. 4 No.1, 1-8.
- Loginovaa, E., Proskurninb, M., & Brouwersa, H. (2019). Municipal Solid Waste Incineration (MSWI) Fly Ash Composition Analysis: A Case Study Of Combined Chelatatant-Based Washing Treatment Efficiency. *Journal of Environmental Management*, 480-488.

- Marpaung, H. (2019, Juli Rabu). *Repositori Institusi Universitas Sumatra Utara*. Retrieved from Repositori Institusi Universitas Sumatra Utara Web site: <http://repository.usu.ac.id/handle/123456789/30701>
- Marthinus, A. P., Sumajouw, M. D., & Windah, R. S. (2015). Pengaruh Penambahan Abu Terbang (Fly Ash) Terhadap Kuat Tarik Belah Beton. *Jurnal Sipil Statik*, Vol. 3 No.11 (729-736).
- Mester, Z., Angelone, M., Brunori, C., remisini, C., Muntau, H., & Morabito, R. (1999). Digestion Methods For Analysis Of Fly Ash Samples By Atomic Absorption Spectrometry. *Analytica Chimica Acta*, 157-163.
- Muhardi. (2016). Karakteristik Abu Terbang dan Abu Dasar Dalam Geoteknik. *Jurnal Fakultas Teknik Universitas Pasir Pengaraian*, Vol 8 No.2.
- Natsir, M. (2019). *Spektrofotometri Serapan Atom*. Aceh: Syiah Kuala University Press.
- Poykio, R., Makela, M., Watkin, G., Nurmesniemi, H., & Dahl, O. (2016). Heavy Metals Leaching In Bottom Ash And Fly Ash Fractions From Industrial-Scale BFB-Boiler For Environmental Risks Assessment. *Transaction Nonferrous Metals Society of China*, 256-264.
- Riyanto. (2014). *Validasi & Verifikasi Metode Uji: Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*. Yogyakarta: deepublish.
- Rodiana, Y., Maulana, H., Masitoh, S., & Nurhasni. (2013). Pengkajian Metode Untuk Analisis Total Logam Berat Dalam Sedimen Menggunakan Microwave Digestion. *Jurnal Ecolab*, Vol.7(2), 49-108.
- Rusnawati, Yusuf, B., & Alimuddin. (2018). Perbandingan Metode Destruksi Basah Dan Destruksi Kering Terhadap Analisis Logam Berat Timbal (Pb) Pada Tanaman Rumput Bebek (Lemna Minor). *Kimia FMIPA UNMUL*, 73-76.
- Suarsa, W. (2015). *Spektroskopi*. Denpasar: Universitas Udayan.
- Sukandarrumidi. (2018). *Batubara dan Pemanfaatannya: Pengantar Teknologi Batubara Menuju Lingkungan Bersih*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Sushil, S., & Batra, V. S. (2006). Analysis Of Fly Ash Heavy Metal Content And Disposal In Three Thermal Power Plants In India. *Fuel*, 2676–2679.
- Verma, C., Madan, S., & Hussain, A. (2016). Heavy Metal Contamination Of Groundwater Due To Fly Ash Disposal Of Coal-Fired Thermal Power

- Plant, Parichha, Jhansi, India. *Civil & Environmental Engineering*, Vol. 3, 1-8.
- Vilancia, C. (2015). *Stabilisasi/Solidifikasi Limbah B-3 Mengandung Logam Berat dan Hidrokarbon Dengan Semen Portland Dan Fly Ash*. Surabaya: FTSP ITS.
- Wardani, S. P. (2008). Pemanfaatan Limbah Batubara (Fly Ash) Untuk Stabilisasi Tanah Maupun Keperluan Teknik Sipil Lainnya Dalam Mengurangi Pencemaran Lingkungan. *Upacara Penerimaan Jabatan Guru Besar Pada Fakultas Teknik Universitas Diponegoro*. Semarang: Undip.
- Wardhani, E., Sutisna, M., & Dewi, A. H. (2012). Evaluasi Pemanfaatan Abu Terbang (Fly Ash) Batubara Sebagai Campuran Media Tanam pada Tanaman Tomat (*Solanum lycopersicum*). *Jurnal Itenas Rekayas*, Vol.17, No. 1 (44-56).
- Zakaria, A., Rochaeni, H., Djasmasari, W., Purawamargapratala, Y., & Agus, T. (2012). Karakterisasi Dan Pemanfaatan Abu Terbang Aktivasi Fisika Dalam Menjerap Ion Logam Cu^{2+} . *Prosiding Pertemuan Ilmiah Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Bahan 2012*, 160-167.



LAMPIRAN-LAMPIRAN



LAMPIRAN

Lampiran 1 Perhitungan Preparasi Sampel

1. Perhitungan Larutan Standar Baku Pb dan Cu

1.1 Pembuatan Larutan Standar Baku Pb 100 mg/L

$$\begin{aligned}C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\1000 \text{ mg/L} \times V_1 &= 100 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL} \\V_1 &= 10 \text{ mL}\end{aligned}$$

1.2 Pembuatan Larutan Standar Baku Cu 100 mg/L

$$\begin{aligned}C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\1000 \text{ mg/L} \times V_1 &= 100 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} \\V_1 &= 10 \text{ mL}\end{aligned}$$

1.3 Pembuatan Larutan Standar Baku Cd 100 mg/L

$$\begin{aligned}C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\1000 \text{ mg/L} \times V_1 &= 100 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL} \\V_1 &= 10 \text{ mL}\end{aligned}$$

2. Perhitungan Deret Standar Pb dan Cu

1.1 Pembuatan Deret Standar Pb 0; 0,5; 1; 2; 3,5; 5; 7; 10 mg/L

1) Konsentrasi 0,5 mg/L

$$\begin{aligned}C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\100 \text{ mg/L} \times V_1 &= 0,5 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\V_1 &= 0,25 \text{ mL}\end{aligned}$$

2) Konsentrasi 1 mg/L

$$\begin{aligned}C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\100 \text{ mg/L} \times V_1 &= 1 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\V_1 &= 0,5 \text{ mL}\end{aligned}$$

3) Konsentrasi 2 mg/L

$$\begin{aligned}C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\100 \text{ mg/L} \times V_1 &= 2 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\V_1 &= 1,5 \text{ mL}\end{aligned}$$

4) Konsentrasi 3,5 mg/L

$$\begin{aligned}C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\100 \text{ mg/L} \times V_1 &= 3,5 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\V_1 &= 1,75 \text{ mL}\end{aligned}$$

5) Konsentrasi 5 mg/L

$$\begin{aligned}C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\100 \text{ mg/L} \times V_1 &= 5 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\V_1 &= 2,5 \text{ mL}\end{aligned}$$

6) Konsentrasi 7 mg/L

$$\begin{aligned}C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\100 \text{ mg/L} \times V_1 &= 7 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 V_1 &= 3,5 \text{ mL} \\
 7) \text{ Konsentrasi } 10 \text{ mg/L} \\
 C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\
 100 \text{ mg/L} \times V_1 &= 10 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\
 V_1 &= 5 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

1.2 Pembuatan Deret Standar Cu 0; 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5; 3; 3,5 mg/L

$$\begin{aligned}
 1) \text{ Konsentrasi } 0,5 \text{ mg/L} \\
 C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\
 100 \text{ mg/L} \times V_1 &= 0,5 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\
 V_1 &= 0,25 \text{ mL} \\
 2) \text{ Konsentrasi } 1 \text{ mg/L} \\
 C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\
 100 \text{ mg/L} \times V_1 &= 1 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\
 V_1 &= 0,5 \text{ mL} \\
 3) \text{ Konsentrasi } 1,5 \text{ mg/L} \\
 C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\
 100 \text{ mg/L} \times V_1 &= 1,5 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\
 V_1 &= 0,75 \text{ mL} \\
 4) \text{ Konsentrasi } 2 \text{ mg/L} \\
 C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\
 100 \text{ mg/L} \times V_1 &= 2 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\
 V_1 &= 1 \text{ mL} \\
 5) \text{ Konsentrasi } 2,5 \text{ mg/L} \\
 C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\
 100 \text{ mg/L} \times V_1 &= 2,5 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\
 V_1 &= 1,25 \text{ mL} \\
 6) \text{ Konsentrasi } 3 \text{ mg/L} \\
 C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\
 100 \text{ mg/L} \times V_1 &= 3 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\
 V_1 &= 1,5 \text{ mL} \\
 7) \text{ Konsentrasi } 3,5 \text{ mg/L} \\
 C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\
 100 \text{ mg/L} \times V_1 &= 3,5 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\
 V_1 &= 1,75 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Lampiran 2 Pembuatan Kurva Kalibrasi

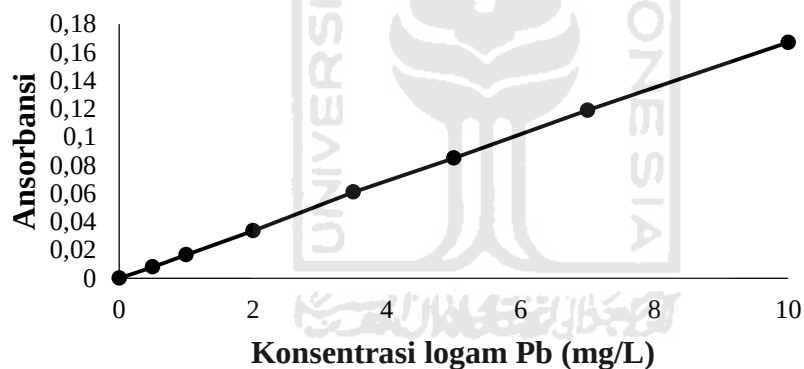
1. Hasil Pengukuran Deret Standar Pb dan Cu

1.1 Deret Standar Pb

1) Hasil Pengukuran Deret Standar Pb

Konsentrasi Standar Pb (mg/L)	Absorbansi Rata-rata	Absorbansi
0	-0,001	0,000
0,5	0,008	0,008
1	0,017	0,017
2	0,034	0,034
3,5	0,061	0,061
5	0,085	0,085
7	0,119	0,119
10	0,167	0,167

2) Kurva Kalibrasi Deret Standar Logam Pb

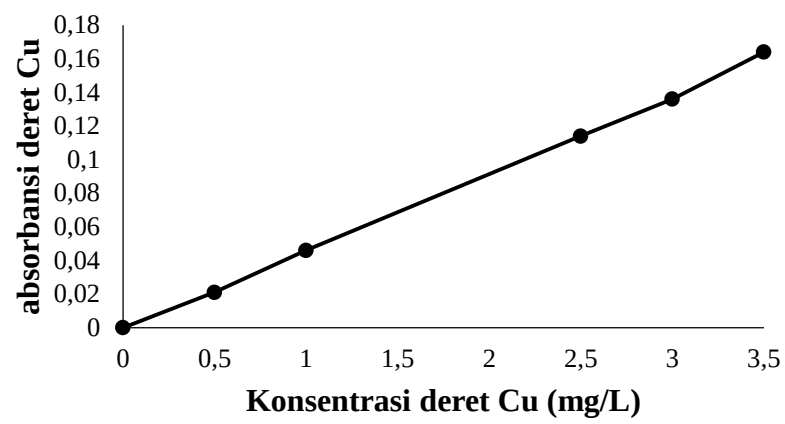


1.2 Deret Standar Cu

1) Hasil Pengukuran Deret Standar Cu

Konsentrasi Standar Cu (mg/L)	Absorbansi Rata-rata	Absorbansi setelah blanko 0
0	0,001	0
0,5	0,022	0,021
1	0,047	0,046
2,5	0,115	0,114
3	0,137	0,136
3,5	0,165	0,164

2) Kurva Kalibrasi Deret Standar Logam Cu



Lampiran 3 Perhitungan Contoh Uji

1. Konsentrasi Sampel Pb dan Cu

1.1 Konsentrasi Sampel Pb

Sampel	Absorbasnsi rata rata	Konsentrasi sampel (mg/kg)
Replika 1	0,000	-0,09
Replika 2	0,000	-0,09

1) Konsentrasi Sampel 1 (Simplo)

$$y = mx + cx + c$$

$$,0168x + 0,0003$$

$$0,000 = 0,0168x + 0,0003$$

$$x = \frac{0,000 - 0,0003}{0,0168}$$

$$x = -0,02 \text{ mg/L}$$

$$x \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right) = \frac{x \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}} \right) \times \text{volume sampel (L)}}{\text{massa sampel (kg)}}$$

$$x \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right) = \frac{-0,02 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,05 \text{ L}}{0,01 \text{ kg}}$$

$$x \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right) = -0,09 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}$$

2) Konsentrasi Sampel 2 (Duplo)

$$y = mx + cmx + c$$

$$0168x + 0,0003$$

$$0,000 = 0,0168x + 0,0003$$

$$x = \frac{0,000 - 0,0003}{0,0168}$$

$$x = -0,02 \text{ mg/L}$$

$$x \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right) = \frac{x \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}} \right) \times \text{volume sampel (L)}}{\text{massa sampel (kg)}}$$

$$x \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right) = \frac{-0,02 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,05 \text{ L}}{0,01 \text{ kg}}$$

$$x \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right) = -0,09 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}$$

1.2 Konsentrasi Sampel Cu

Sampel	Absorbansi rata rata	Konsentrasi sampel (mg/kg)
Replika 1	0,065	7,12
Replika 2	0,065	7,12

1) Konsentrasi Sampel 1 (Simplo)

$$y = mx + c = mx + c$$

$$464x - 0,0011$$

$$0,065 = 0,0464x - 0,001$$

$$x = \frac{0,065 + 0,0011}{0,0464}$$

$$x = 1,42 \text{ mg/L}$$

$$x \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right) = \frac{x \left(\frac{\text{mg}}{\text{l}} \right) \times \text{volume sampel (L)}}{\text{massa sampel (kg)}}$$

$$x \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right) = \frac{1,42 \frac{\text{mg}}{\text{l}} \times 0,05 \text{ L}}{0,01 \text{ kg}}$$

$$x \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right) = 7,12 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}$$

2) Konsentrasi Sampel 2 (Duplo)

$$y = mx + c$$

$$y = 0,0464x - 0,0011$$

$$0,001 = 0,0464x - 0,001$$

$$x = \frac{0,065 + 0,001}{0,0464}$$

$$x = 1,42 \text{ mg/L}$$

$$x \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right) = \frac{x \left(\frac{\text{mg}}{\text{l}} \right) \times \text{volume sampel (L)}}{\text{massa sampel (kg)}}$$

$$x \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right) = \frac{1,42 \frac{\text{mg}}{\text{l}} \times 0,05 \text{ L}}{0,01 \text{ kg}}$$

$$x \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right) = 7,12 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}$$

Lampiran 4 Perhitungan LOD dan LOQ

1. Deret Standar Pb

Absorbansi Deret Standar Pb (y) (Hasil Pengukuran)	Absorbansi Deret Standar Pb (y ₁) (Hasil Perhitungan)	(y- y ₁) ²
0,000	0,0003	0,0000001
0,008	0,0087	0,0000005
0,017	0,0171	0,0000000
0,034	0,0339	0,0000000
0,061	0,0591	0,0000036
0,085	0,0843	0,0000005
0,119	0,1179	0,0000012
0,167	0,1683	0,0000017
Jumlah		0,0000076
SD		0,0011
LOD		0,2010
LOQ		0,6699

Persamaan regresi linear $y = 0.0168x + 0.0003$

1.1 Perhitungan Standar Deviasi

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(y - y_1)^2}{n - 2}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,0000076}{8 - 2}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,0000076}{6}}$$

$$SD = 0,0011$$

1.2 Perhitungan LOD

$$LOD = \frac{3 \times SD}{Slope}$$

$$LOD = \frac{3 \times 0,001125}{0,0168}$$

$$LOD = 0,2010 \text{ mg/L}$$

1.3 Perhitungan LOQ

$$LOQ = \frac{10 \times SD}{Slope}$$

$$LOQ = \frac{10 \times 0,001125}{0,0168}$$

$$LOQ = 0,6699 \text{ mg/L}$$

2. Deret Standar Cu

Absorbansi Deret Standar Cu (y) (Hasil Pengukuran)	Absorbansi Deret Standar Cu (y ₁) (Hasil Perhitungan)	(y - y ₁) ²
0	-0,0011	0,0000012
0,021	0,0221	0,0000012
0,046	0,0453	0,0000005
0,114	0,1149	0,0000008
0,136	0,1381	0,0000044
0,164	0,1613	0,0000073
	Jumlah	0,0000154
	SD	0,0020
	LOD	0,1269
	LOQ	0,4231

Persamaan regresi linear $y = 0,0464x - 0,0011$

2.3 Perhitungan Standar Deviasi

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(Abs - a)^2}{n - 2}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,0000154}{6 - 2}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,0000154}{4}}$$

$$SD = 0,0020$$

2.4 Perhitungan LOD

$$LOD = \frac{3 \times SD}{Slope} = 3 \times SD / Slope$$

$$LOD = \frac{3 \times 0,001963}{0,0464} = 3 \times$$

$$0,001963 / 0,0464$$

$$LOD = 1269 \text{ mg/L}$$

2.5 Perhitungan LOQ

$$LOQ = \frac{10 \times SD}{Slope}$$

$$LOQ = \frac{10 \times 0,001963}{0,0464}$$

$$LOQ = 0,4231 \text{ mg/L}$$

Lampiran 5 Perhitungan Presisi dan Akurasi

1.1 Presisi Pb dan Cu

1) Presisi Pb

C	C terhitung	Abs (xi)	$(xi-\bar{x})^2$	LOGC	-5,3827
0,5	0,4583	0,008	0,00285	SD	0,0029
1	0,9676	0,017	0,00197	RSD	0,07%
2	1,9795	0,034	0,00075	CV	12,9184
3,5	3,6131	0,061	0,00000	2/3CV	8,6122
5	5,0417	0,085	0,00056		
7	7,0589	0,119	0,00332		
10	9,9226	0,167	0,01116		
$\bar{C}=4,16$		$\bar{x}=0,0701$		$\Sigma=0,0201$	

$$\begin{aligned}
 \text{SD} &= \sqrt{\frac{\Sigma(x-\bar{x})}{n-1}} \\
 &= \sqrt{\frac{\Sigma(0,0201)}{7}} \\
 &= 0,0029
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \%RSD &= \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \\
 &= 0,07\%
 \end{aligned}$$

2) Presisi Cu

C	C terhitung	abs	$(xi-\bar{x})^2$	SD	0,0542
0,5	0,4763	0,021	0,00350	RSD	2,58%
1	1,0151	0,046	0,00117	LOGC	-5,6778
2,5	2,4806	0,114	0,00114	CV	14,3094
3	2,9547	0,136	0,00311	2/3Cv	9,5396
3,5	3,5582	0,164	0,00702		
$\bar{C}=2,1$		$\bar{x}=0,0962$		$\Sigma=0,0147$	

$$\begin{aligned}
 \text{SD} &= \sqrt{\frac{\Sigma(x-\bar{x})}{n-1}} \\
 &= \sqrt{\frac{\Sigma(0,0147)}{5}} \\
 &= 0,0542
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \%RSD &= \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \\
 &= 2,58\%
 \end{aligned}$$

1.2 Akurasi Pb dan Cu

1) Akurasi Pb

Konsentrasi Standar Pb (ppm) (pengukuran)	Konsentrasi Standar Pb (ppm) (perhitungan)	% <i>Recovery</i>
0,5	0,4734	94,67%
1	0,9862	98,62%
2	1,9921	99,61%
3,5	3,6095	103,13%
5	5,0296	100,59%
7	7,0217	100,31%
10	9,8817	98,82%

$$\%R = \frac{\text{Konsentrasi terhitung}}{\text{Konsentrasi sebenarnya}} \times 100\%$$

2) Akurasi Cu

Konsentrasi Standar Cu (ppm)	Konsentrasi Standar Cu (ppm) (perhitungan)	% <i>Recovery</i>
0,5	0,4763	95,26%
1	1,0151	101,51%
2,5	2,4806	99,22%
3	2,9548	98,49%
3,5	3,5582	101,66%

$$\%R = \frac{\text{Konsentrasi terhitung}}{\text{Konsentrasi sebenarnya}} \times 100\%$$

Lampiran 6 Perhitungan Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

1. Ketidakpastian Pengukuran Logam Pb.

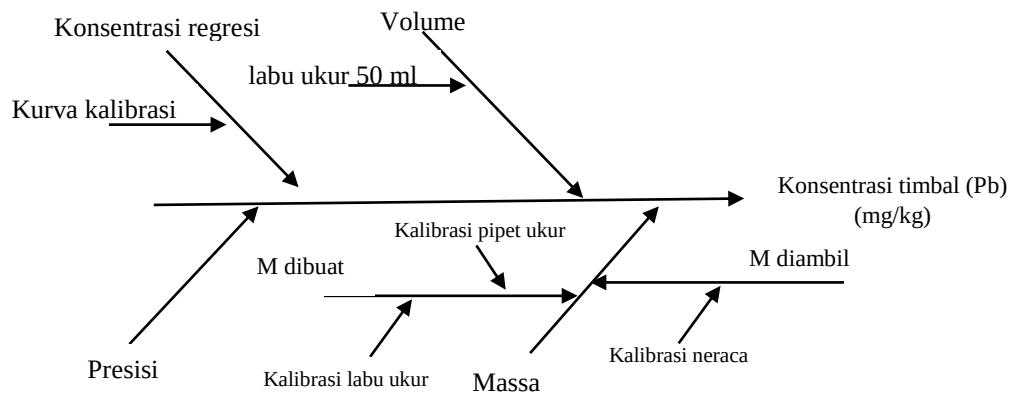


Diagram Tulang Ikan Penentuan Konsentrasi Timbal

1.1 Ketidakpastian Volume Contoh $\mu(V_c)$

Keterangan	Jenis	Volume (ml)	Nilai ketidakpastian	μV	μT	μV_c
Vc1	Pipet	1	0,01	0,0058	0,0006	0,0058
Vc2	Ukur	5	0,045	0,0260	0,0030	0,0260
Vc3	Pipet	10	0,02	0,0115	0,0061	0,0116
Vc4	Labu	100	0,1	0,0577	0,0606	0,0641
Vc5	Ukur	50	0,06	0,0346	0,0303	0,0356

- Ketidakpastian kalibrasi $\mu(V)$

$$\mu(V) = \frac{V}{\sqrt{3}}$$

- Ketidakpastian faktor muai $\mu(T)$

$$\mu(T) = \frac{V \times \beta \times \Delta T}{\sqrt{3}}$$

- Ketidakpastian volume contoh $\mu(V_c)$

$$\mu(V_c) = \sqrt{\mu(V)^2 + \mu(T)^2}$$

1.2 Ketidakpastian Massa Sampel

keterangan	Massa (g)	Nilai ketidakpastian	μV	μM
m	10,000	0,0005	0,0003	0,0004

- Ketidakpastian kalibrasi $\mu(V)$

$$\mu_{(v)} = \frac{V}{\sqrt{3}}$$

➤ Ketidakpastian massa contoh $\mu_{(mc)}$

$$\mu_{(m)} = \sqrt{\mu_{(v)}^2 + \mu_{(v)}^2} \text{ atau } \mu_{(vc)} = \sqrt{2 \times \mu_{(v)}^2}$$

1.3 Ketidakpastian Kurva Kalibrasi

x	(x-xbar)	(x-xbar) ²	y sampel	y std
0	-3,625	13,1406	0,000	0
0,5	-3,125	9,7656	0,000	0,008
1	-2,625	6,8906	<u>$\bar{y} = 0$</u>	0,017
2	-1,625	2,6406		0,034
3,5	-0,125	0,0156		0,061
5	1,375	1,8906		0,085
7	3,375	11,3906		0,119
10	6,375	40,6406		0,167
$\bar{x} = 3,625$		$\Sigma = 86,375$		<u>$\bar{y} = 0,061375$</u>
$\mu(cx)$	0,0591			
SD	0,0011			
1/p	0,5			
1/n	0,125			
b ²	0,0003			
(ysmpl-ystd) ²	0,0038			
b	0,0168			

$$\mu_{Cx} = \frac{s_{y/x}}{\text{slope}} \times \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(y_{(\text{sampel})} - y_{(\text{standar})})^2}{b^2 \times (\Sigma(x_i - \bar{x})^2)}}$$

1.4 Ketidakpastian Presisi

S	μ_P
0,0029	0,0011

$$\mu_{(P)} = \frac{S}{\sqrt{n}}$$

1.5 Ketidakpastian standar relatif

No	Ketidakpastian Asal	Nilai(x)	Satuan	$\mu(x)$	$(\mu x/x)^2$
1	Pipet Ukur	1	mL	0,0058	$3,36 \times 10^{-5}$
2		5	mL	0,0260	$2,70 \times 10^{-5}$
3	Pipet Volume	10	mL	0,0115	$1,32 \times 10^{-6}$
4	Labu Ukur	100	mL	0,0577	$3,33 \times 10^{-7}$

		50	mL	0,0346	$4,79 \times 10^{-7}$
5	Kurva Kalibrasi	-0,09	mg/kg	0,0591	0,4315
6	Massa sampel	10,001	g	0,0004	$1,68 \times 10^{-9}$
7	Presisi	2		0,0000	0,0000

➤ Ketidakpastian standar relatif $(\mu x/x)^2$

$$\mu(\mu(x)/x) = \left(\frac{\mu(x)}{x}\right)^2$$

1.6 Ketidakpastian Gabungan

$(\mu V_{C1}/V_{C1})^2$	$3,36 \times 10^{-5}$
$(\mu V_{C2}/V_{C2})^2$	$2,70 \times 10^{-5}$
$(\mu V_{C3}/V_{C3})^2$	$1,32 \times 10^{-6}$
$(\mu V_{C4}/V_{C4})^2$	$3,33 \times 10^{-7}$
$(\mu V_{C5}/V_{C5})^2$	$4,79 \times 10^{-7}$
$(\mu C_x/V_{C_x})^2$	0,4315
$(\mu M/m)^2$	$1,68 \times 10^{-9}$
$(\mu P/P)^2$	0,0000
C_x	-0,09
μC	-0,0591

$$\mu_c = \pm C_x \sqrt{\left(\frac{\mu V_{C1}}{V_{C1}}\right)^2 + \left(\frac{\mu V_{C2}}{V_{C2}}\right)^2 + \left(\frac{\mu V_{C3}}{V_{C3}}\right)^2 + \left(\frac{\mu V_{C4}}{V_{C4}}\right)^2 + \left(\frac{\mu V_{C5}}{V_{C5}}\right)^2 + \left(\frac{U(C_x)}{C_x}\right)^2 + \left(\frac{\mu M}{m}\right)^2 + \left(\frac{U(p)1}{p}\right)^2}$$

1.7 Ketidakpastian Diperluas

$\mu C \times 2$	-0,12
------------------	-------

$$\mu = \mu_c \times 2$$

2. Ketidakpastian Pengukuran Logam Cu

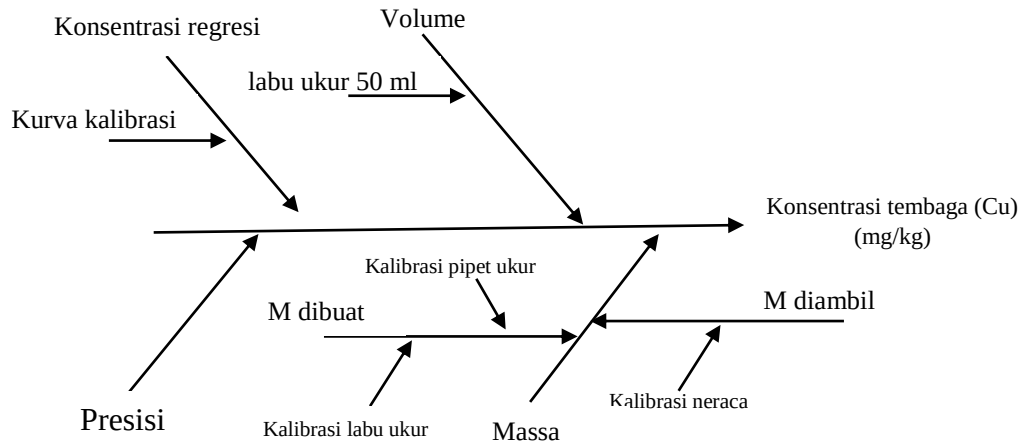


Diagram Tulang Ikan Penentuan Konsentrasi Tembaga

2.1 Ketidakpastian Volume Contoh $\mu(V_c)$

Keterangan	Jenis	Volume (ml)	Nilai ketidakpastian	μ_V	μ_T	μ_{Vc}
Vc1	Pipet	1	0,01	0,0058	0,0006	0,0058
Vc2	ukur	5	0,045	0,0260	0,0030	0,0260
Vc3	Pipet volume	10	0,02	0,0115	0,0061	0,0116
Vc4	Labu	100	0,1	0,0577	0,0606	0,0641
Vc5	ukur	50	0,06	0,0346	0,0303	0,0356

- Ketidakpastian kalibrasi $\mu_{(V)}$

$$\mu_{(V)} = \frac{V}{\sqrt{3}}$$

- Ketidakpastian factor muai $\mu_{(T)}$

$$\mu_{(T)} = \frac{V \times \beta \times \Delta T}{\sqrt{3}}$$

- Ketidakpastian volume contoh $\mu_{(Vc)}$

$$\mu_{(Vc)} = \sqrt{\mu_{(V)}^2 + \mu_{(T)}^2}$$

2.2 Ketidakpastian Kurva Kalibrasi

X	(x-xbar)	(x-xbar) ²	y sampel	Ystd
0	-1,75	3,0625	0,065	0
0,5	-1,25	1,5625	0,065	0,021
1	-0,75	0,5625	0,065	0,046
2,5	0,75	0,5625		0,114
3	1,25	1,5625		0,136
3,5	1,75	3,0625		0,164
1,75		10,375		0,0802
μ(cx)	0,0348			
SD	0,0020			
1/p	0,5			
1/n	0,1667			
b ²	0,0022			
(ysmpl-ystd) ²	0,0002			
B	0,0464			

$$\mu_{Cx} = \frac{s_{y/x}}{\text{slope}} \times \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(y_{\text{sampel}} - y_{\text{standar}})^2}{b^2 \times (\sum(x_i - \bar{x})^2)}}$$

2.3 Ketidakpastian massa sampel

keterangan	Massa (g)	Nilai ketidakpastian	μV	μMc
m	10,001	0,0005	0,0003	0,00041

- Ketidakpastian kalibrasi μ_(v)

$$\mu_{(v)} = \frac{V}{\sqrt{3}}$$

- Ketidakpastian massa contoh μ_(mc)

$$\mu_{(mc)} = \sqrt{\mu_{(v)}^2 + \mu_{(v)}^2} \text{ atau } \mu_{(vc)} = \sqrt{2 \times \mu_{(v)}^2}$$

2.4 Ketidakpastian Presisi

S	μP
0,0000	0,0000

$$\mu_{(P)} = \frac{S}{\sqrt{n}}$$

2.5 Ketidakpastian standar relatif

No	Ketidakpastian Asal	Nilai(x)	Satuan	$\mu(x)$	$(\mu x/x)^2$
1	Pipet Ukur	1	mL	0,0058	$3,36 \times 10^{-5}$
2		5	mL	0,0260	$2,70 \times 10^{-5}$
3	Pipet Volume	10	mL	0,0115	$1,32 \times 10^{-6}$
4	Labu Ukur	100	mL	0,0577	$3,33 \times 10^{-7}$
		50	mL	0,0346	$4,79 \times 10^{-7}$
5	Kurva Kalibrasi	7,12	mg/kg	0,0348	$2,39 \times 10^{-5}$
6	Massa sampel	10,001	g	0,0004	$1,68 \times 10^{-9}$
7	Presisi	2		0,0000	0,0000

2.6 Ketidakpastian Gabungan

$(\mu V_{C1}/V_{C1})^2$	$3,36 \times 10^{-5}$
$(\mu V_{C2}/V_{C2})^2$	$2,70 \times 10^{-5}$
$(\mu V_{C3}/V_{C3})^2$	$1,32 \times 10^{-6}$
$(\mu V_{C4}/V_{C4})^2$	$3,33 \times 10^{-7}$
$(\mu V_{C5}/V_{C5})^2$	$4,79 \times 10^{-7}$
$(\mu C_x/V_{C_x})^2$	$2,39 \times 10^{-5}$
$(\mu M/m)^2$	$1,68 \times 10^{-9}$
$(\mu P/P)^2$	0,0000
C_x	7,12
μC	0,0663

$$\mu c = \pm C_x \sqrt{\left(\frac{\mu V_{C1}}{V_{C1}}\right)^2 + \left(\frac{\mu V_{C2}}{V_{C2}}\right)^2 + \left(\frac{\mu V_{C3}}{V_{C3}}\right)^2 + \left(\frac{\mu V_{C4}}{V_{C4}}\right)^2 + \left(\frac{\mu V_{C5}}{V_{C5}}\right)^2 + \left(\frac{U(C_x)}{C_x}\right)^2 + \left(\frac{\mu M}{m}\right)^2 + \left(\frac{U(p)1}{p}\right)^2}$$

2.7 Ketidakpastian Diperluas

$\mu C \times 2$	0,13
------------------	------

$$\mu U = \mu c \times 2$$